



# Contribution à l'étude mécanique et électrique du contact localisé : Adaptation de la nanoidendation à la micro-insertion

Mamadou Diobet Diop

## ► To cite this version:

Mamadou Diobet Diop. Contribution à l'étude mécanique et électrique du contact localisé : Adaptation de la nanoidendation à la micro-insertion. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2009. Français. NNT : . tel-00467529

**HAL Id: tel-00467529**

**<https://theses.hal.science/tel-00467529>**

Submitted on 26 Mar 2010

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



N° d'ordre : 517 M

**THÈSE**  
**présentée par**

**DIOP MAMADOU DIOBET**

Pour obtenir le grade de Docteur  
de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne

Spécialité : Microélectronique

**Contribution à l'étude mécanique et électrique du contact  
localisé : Adaptation de la nanoindentation à la  
micro-insertion**

soutenue à Gardanne le 09 Mars 2009

**Membres du jury**

Président :

M. Marc VERDIER

Chargé de recherche CNRS - INP Grenoble

Rapporteurs :

M. Robert PLANA

Directeur de recherche CNRS - LAAS Toulouse

M. Frédéric LEBON

Professeur - LMA Université de Marseille

Examineurs :

M. Frédéric HOUZÉ

Chargé de recherche CNRS - SupElec, LGEP Gif sur Yvette

Mme Béatrice DUBOIS BONVALOT

Ingénieur de recherche - GEMALTO Gardanne

Directeur de thèse :

M. Roland FORTUNIER

Professeur - ENSM-SE, Saint Etienne

Co-directeurs :

M. Vincent MANDRILLON

Ingénieur de recherche - CEA LETI Gardanne

M. Karim INAL

Maître de recherche - ENSM-SE, Gardanne

Spécialités doctorales :	Responsables :
SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX MECANIQUE ET INGENIERIE GENIE DES PROCEDES SCIENCES DE LA TERRE SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT MATHEMATIQUES APPLIQUEES INFORMATIQUE IMAGE, VISION, SIGNAL GENIE INDUSTRIEL MICROELECTRONIQUE	J. DRIVER Directeur de recherche - Centre SMS A. VAUTRIN Professeur - Centre SMS G. THOMAS Professeur - Centre SPIN B. GUY Maître de recherche - Centre SPIN J. BOURGOIS Professeur - Centre SITE E. TOUBOUL Ingénieur - Centre G2I O. BOISSIER Professeur - Centre G2I JC. PINOLI Professeur - Centre CIS P. BURLAT Professeur - Centre G2I Ph. COLLOT Professeur - Centre CMP

Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)				
AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique et Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 2	Sciences et Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 2	Informatique	G2I
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	MA	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	MR	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	ICM	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
DELAFOSSÉ	David	PR 1	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique et Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences et Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
FORTUNIER	Roland	PR 1	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
FRACZKIEWICZ	Anna	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	CR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURLOT	Dominique	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
GOEURLOT	Patrice	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUILHOT	Bernard	DR	Génie des Procédés	CIS
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
KLÖCKER	Helmut	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
LONDICHE	Henry	MR	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 1	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	CR	Sciences et Génie de l'Environnement	SITE
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
VALDIVIESO	François	MA	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique et Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	CR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

Glossaire :	Centres :
PR 0 Professeur classe exceptionnelle	SMS Sciences des Matériaux et des Structures
PR 1 Professeur 1ère catégorie	SPIN Sciences des Processus Industriels et Naturels
PR 2 Professeur 2ème catégorie	SITE Sciences Information et Technologies pour l'Environnement
MA(MDC) Maître assistant	G2I Génie Industriel et Informatique
DR (DR1) Directeur de recherche	CMP Centre de Microélectronique de Provence
Ing. Ingénieur	CIS Centre Ingénierie et Santé
MR(DR2) Maître de recherche	
CR Chargé de recherche	
EC Enseignant-chercheur	
ICM Ingénieur en chef des mines	

*À mes parents, à ma famille et à mes amis,  
des mots ne seront guère suffisants pour vous remercier...*





# Remerciements

Je tiens, en premier lieu, à remercier Vincent MANDRILLON qui n'a ménagé aucun effort pour que mes travaux de recherche se déroulent dans de bonnes conditions. Je le remercie surtout pour son encadrement scientifique qui m'a permis d'approfondir mes connaissances techniques et d'acquérir une bonne rigueur dans l'analyse et l'interprétation des résultats. Nos discussions furent enrichissantes et très souvent porteuses de solutions.

Mes remerciements s'adressent également à mon directeur de thèse Roland FORTUNIER pour son implication qui a fait que ces trois années de travail se réalisent dans les meilleures conditions scientifiques et humaines.

Comme tout travail de thèse, les zones de turbulences se situent dans les dernières périodes. Pour ma part, cette dernière ligne droite s'est déroulée avec les ceintures de sécurité bien bouclées grâce aussi au soutien scientifique et moral de Karim INAL. Pour cela, je lui exprime, également, mes remerciements les plus sincères.

Robert PLANA et Frédéric LEBON m'ont fait l'honneur d'accepter de rapporter mon manuscrit ; Marc VERDIER, Frédéric HOUZÉ et Béatrice DUBOIS-BONVALOT celui d'être examinateurs. Je leur exprime gratitude et remerciements pour leurs remarques qui m'ont permis d'améliorer mon manuscrit.

Je remercie toutes les personnes du Centre Microélectronique de Provence et de l'Ecole des Mines de Saint Etienne, qui, de près ou de loin ont participé à la réussite de mes travaux. Avec une mention spéciale à l'équipe salle blanche pour les expériences de caractérisation, à Jacques LEGELEUX pour ses conseils et moyens techniques mis à ma disposition, à Pierre-Yves DUVIVIER pour sa collaboration scientifique, Pierre PETIT pour la modélisation par éléments finis sans oublier mes collègues de foot, Moustafa KASBARI, Julia GRANDJEAN et Cathy WOLOSEWICZ pour l'aéromodélisme.



# Table des matières

<b>Remerciements</b>	<b>v</b>
<b>Introduction et contexte général</b>	<b>1</b>
<b>I ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE</b>	<b>7</b>
<b>1 Caractérisation mécanique par nanoindentation</b>	<b>9</b>
1.1 Caractérisation des matériaux massifs . . . . .	9
1.1.1 Mesure de la dureté et du module d'élasticité . . . . .	10
1.1.2 Modèle de Oliver et Pharr . . . . .	11
1.1.3 Limites du modèle de Oliver et Pharr . . . . .	15
1.2 Caractérisation des films minces . . . . .	16
1.2.1 Estimation de la dureté . . . . .	17
1.2.2 Estimation du module de Young . . . . .	18
1.2.3 Caractérisation par la méthode dynamique . . . . .	19
1.3 Bilan . . . . .	22
<b>2 Application de la nanoindentation aux micro-objets</b>	<b>23</b>
2.1 Flexion de micro-commutateurs . . . . .	23
2.1.1 Flexion d'une micro-poutre . . . . .	24
2.2 Compression uniaxiale de micro-cylindres . . . . .	27
2.2.1 Principe de la compression . . . . .	28
2.2.2 Effet de taille et déformation des micro-cylindres . . . . .	28
2.2.3 Erreurs expérimentales . . . . .	32
2.3 Couplage mécanique-électrique . . . . .	33

2.3.1	Système pointe d'indentation/puce . . . . .	33
2.3.2	Système pointe d'indentation/micro-commutateurs . . . . .	34
2.4	Bilan . . . . .	36
<b>3</b>	<b>Contacts mécanique et électrique</b>	<b>37</b>
3.1	Généralités . . . . .	37
3.2	Contact mécanique . . . . .	38
3.2.1	Déformation élastique . . . . .	38
3.2.2	Déformation plastique . . . . .	42
3.3	Résistance de contact électrique . . . . .	42
3.3.1	Résistance de contact : modèle à un seul passage . . . . .	42
3.3.1.1	Régime ohmique : modèle de Maxwell ( $K \ll 1$ ) . . .	43
3.3.1.2	Régime balistique : modèle de Sharvin ( $K \gg 1$ ) . . .	43
3.3.1.3	Régime intermédiaire ( $K \sim 1$ ) . . . . .	43
3.3.2	Résistance de contact : modèle à plusieurs passages . . . . .	44
3.3.2.1	Solution de Holm . . . . .	45
3.3.2.2	Solution de Greenwood . . . . .	46
3.3.3	Contact électrique : Résistance de film . . . . .	46
3.4	Echauffement des contacts . . . . .	48
3.4.1	Relation de Kohlrausch . . . . .	48
3.4.2	Relation de Wiedemann-Franz : relation de Kohlrausch simplifiée . . . . .	49
3.5	Bilan . . . . .	51
	<b>Conclusion</b>	<b>53</b>
<b>II</b>	<b>MISE AU POINT DES ESSAIS MECANQUES ET ELECTRIQUES</b>	<b>55</b>
<b>4</b>	<b>Echantillons et dispositif expérimental</b>	<b>57</b>
4.1	Echantillons utilisés . . . . .	58
4.1.1	Les micro-inserts de nickel . . . . .	58
4.1.2	Film d'aluminium . . . . .	60

4.2	Dispositif expérimental . . . . .	62
4.2.1	Présentation du nanoindenteur . . . . .	62
4.2.2	Modification du nanoindenteur pour l'essai de micro-insertion . . . . .	63
4.3	Opérations préliminaires . . . . .	65
4.3.1	Estimation du désalignement et correction . . . . .	66
4.3.2	Polissage . . . . .	68
4.4	Bilan . . . . .	69
<b>5</b>	<b>Protocole d'essai mécanique</b>	<b>71</b>
5.1	Protocole expérimental . . . . .	72
5.2	Correction d'un exemple de courbe de micro-insertion . . . . .	77
5.2.1	Correction de la compliance de la chaîne de mesure . . . . .	77
5.2.2	Exemple de courbe de micro-insertion . . . . .	82
5.3	Bilan . . . . .	84
<b>6</b>	<b>Protocole d'essai électrique</b>	<b>87</b>
6.1	Mise en place des échantillons . . . . .	87
6.2	Montage électrique . . . . .	90
6.2.1	Schéma électrique et appareils de mesure utilisés . . . . .	90
6.2.2	Méthodes de mesure . . . . .	91
6.3	Protocole expérimental . . . . .	94
6.4	Bilan . . . . .	95
	<b>Conclusion</b>	<b>97</b>

### III ANALYSE DES RESULTATS MECANIKES ET ELECTRIQUES 99

<b>7</b>	<b>Contact mécanique</b>	<b>101</b>
7.1	Plan d'expérience . . . . .	101
7.2	Influence de la force maximale . . . . .	105
7.2.1	Tests à faible force maximale . . . . .	108
7.2.2	Tests à moyenne force maximale . . . . .	110

7.2.3	Tests à forte force maximale . . . . .	112
7.2.4	Analyse de la déformation élastoplastique de l'aluminium à l'interface de contact . . . . .	119
7.3	Influence du diamètre de micro-insert . . . . .	122
7.3.1	Influence du diamètre sur la profondeur maximale d'empreinte	123
7.3.2	Influence du diamètre sur l'enfoncement du micro-insert dans sa base . . . . .	123
7.3.3	Influence du diamètre sur l'écrasement du micro-insert . . . .	124
7.4	Etude de fluage . . . . .	125
7.4.1	Présentation des courbes de fluage . . . . .	125
7.4.2	Paramètres de fluage du film d'aluminium . . . . .	131
7.5	Bilan . . . . .	134
<b>8</b>	<b>Contact électrique</b>	<b>137</b>
8.1	Résultats . . . . .	137
8.2	Interprétation de la valeur de résistance de contact . . . . .	140
8.3	Bilan . . . . .	144
	<b>Conclusion et perspectives</b>	<b>145</b>
	<b>ANNEXES</b>	<b>151</b>
	<b>Bibliographie</b>	<b>171</b>

# Introduction et contexte général

L'essor des systèmes électroniques dans plusieurs domaines de la vie courante n'est plus à démontrer aujourd'hui. Des produits de consommation tels que les téléphones portables ou les ordinateurs aux appareils médicaux en passant par l'automobile ou la domotique, les systèmes électroniques sont présents partout. Ce développement s'accompagne de fortes exigences en termes de réduction de taille des systèmes électroniques, d'augmentation de leurs fonctionnalités tout en restant performants et bon marché. La plupart de ces systèmes comprend un ou plusieurs circuits intégrés (CI). Il existe deux principales solutions pour réaliser un système électronique de taille réduite comportant plusieurs fonctionnalités :

- Une solution SoC ("System on Chip"), où plusieurs fonctionnalités sont intégrées sur une seule puce.
- Une solution SiP ("System in Package"), qui consiste à réaliser diverses fonctions grâce à plusieurs puces. Cette solution est aussi appelée "intégration hétérogène".

L'approche SoC désigne un système qui regroupe sur une même puce tous les composants nécessaires à la réalisation d'une fonction attendue. Ce type de système est très bien adapté aux productions en grandes séries de produits grand public. L'intérêt de cette intégration est de réduire les coûts de production et d'augmenter la fiabilité. Ses principaux inconvénients sont les coûts élevés de développement (notamment pour la fabrication des masques de gravure) et un long délai de mise sur le marché. L'approche SiP associe dans un même boîtier plusieurs puces interconnectées qui assurent les diverses fonctions d'un système. Ces puces sont éventuellement de technologies différentes : circuits intégrés standards, microsystèmes, composants radiofréquences, capteurs et composants passifs. Elles peuvent être empilées verticalement (technologies 3D) ou horizontalement à côté les unes des autres sur un substrat. La réduction des coûts et délais de développement fait de la solution SiP, comparée à la solution SoC, un meilleur compromis pour les petites et moyennes séries. A contrario, pour les grandes séries elle est pénalisée par le coût de montage-



câblage des divers composants de cette approche hybride.

Les avantages de la solution SiP ont conduit à son utilisation en masse pour les applications grand public (caméscopes, appareils photos, téléphones, clés USB, baladeurs numériques, etc.). Le nombre croissant de fonctionnalités de ces appareils nécessite une densité d'interconnexion entre les puces de plus en plus élevée. Deux principales techniques d'interconnexion sont utilisées pour assembler les puces : le câblage filaire et le "flip chip". Le câblage filaire ou "wire bonding" est la technique d'interconnexion la plus ancienne et la plus répandue [1]. Dans cette technique, les

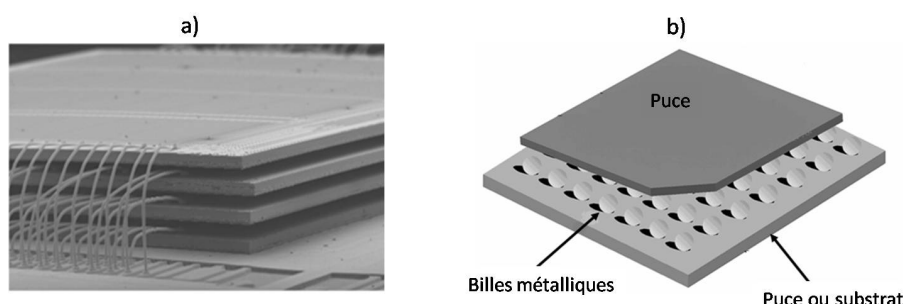


FIG. 1 – Exemple de puces empilées et interconnectées par câblage filaire

interconnexions entre puces sont réalisées au moyen de fils conducteurs (figure 1-a). Pour cela, deux principales méthodes sont utilisées : la thermocompression ou "ball bonding" et le câblage ultrasonique ou "wedge bonding". Dans le cas de la thermocompression, le fil à souder est pressé à température élevée sur les sites métalliques ou pads des puces à connecter. Concernant le câblage ultrasonique, le fil est guidé vers le site de câblage puis pressé à faible température par un outil apte à transmettre des vibrations ultrasoniques. Le câblage filaire est une technique qui offre une grande flexibilité dans l'utilisation des équipements. Les coûts de réalisation d'interconnexion sont bas et la technique est d'une grande fiabilité. Cependant, parmi ses principales limites peut être citée la faible densité d'intégration obtenue du fait que les interconnexions ne peuvent être réalisées qu'en périphérie des puces [2]. Pour résoudre ce problème, les nouvelles techniques d'intégration se dirigent vers la technologie de puce retournée dite "flip chip". Lors d'interconnexion par "flip chip" la face active de la puce est directement connectée sur une autre puce ou un substrat à l'aide de dispositifs verticaux figure (1-b) qui sont traditionnellement des billes métalliques ou "Ball Grid Array", en forme de bosses ("bump") ou encore des bosses en forme de pointes ("stud-bump"). Puisque les dispositifs verticaux d'interconnexion peuvent être répartis sur toute la surface de contact du pad de connexion, la densité d'intégration est considérablement augmentée comparée à celle obtenue avec le

câblage filaire. En plus, les performances électriques s'en trouvent améliorées grâce à la réduction de taille des interconnexions utilisées dans la technique "flip chip". Néanmoins, des inconvénients peuvent être relevés, par exemple en considérant le cas du "flip chip" par "micro-bumping" où l'interconnexion se fait par des "bumps" fusibles de quelques dizaines de microns de diamètre présents sur la puce. Pour mieux comprendre l'origine des inconvénients dont il est question, la représentation schématique d'un pad de connexion constitué d'aluminium partiellement recouvert d'une couche de passivation et déposé sur une substrat de silicium est montrée sur la figure 2. La configuration représentée sur la figure 2 pose deux problèmes ; d'une part la

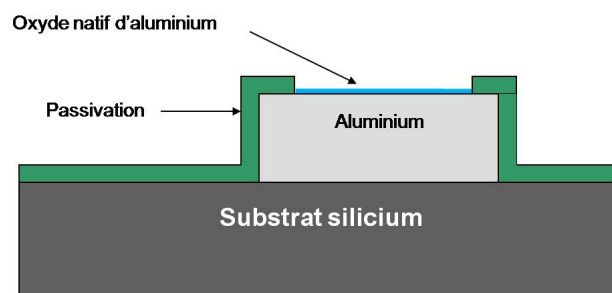


FIG. 2 – Représentation schématique d'un pad de connexion

présence d'une couche d'oxyde natif isolante sur le pad d'aluminium et d'autre part le retrait de la zone de contact par rapport à la couche de passivation. La technique de "micro-bumping" doit ainsi faire intervenir une étape supplémentaire consistant à déposer des couches minces d'or et de nickel à la surface. C'est seulement après cette étape que la puce sera prête à être hybridée sur son substrat de réception.

Une solution aux problèmes précédents a vu le jour au Laboratoire d'Électronique et des Techniques d'Information (LETI) et elle consiste à remplacer les "bumps" par plusieurs micro-cylindres métalliques de quelques microns de diamètre, réalisés localement sur les pads de connexion du substrat récepteur (figure 3) [3][4]. Leur finesse permet, sous l'effet de la pression, de venir percer la couche d'oxyde. Leur localisation, alliée à une hauteur suffisamment importante, permet de s'affranchir du problème posé par le retrait de la zone de contact sous la passivation. Pour assembler deux pads de connexion en vis-à-vis, c'est en général une matrice de 4x4 micro-cylindres qui est utilisée. Les micro-cylindres métalliques appelés micro-inserts sont en nickel, ils sont obtenus par un procédé de dépôt électrolytique. Les raisons pour lesquelles le nickel a été choisi comme matériau constituant les micro-inserts seront données plus loin. En plus de résoudre les problèmes relevés ci-dessus, l'utilisation des micro-inserts permet d'augmenter la densité d'intégration par rapport au "micro-

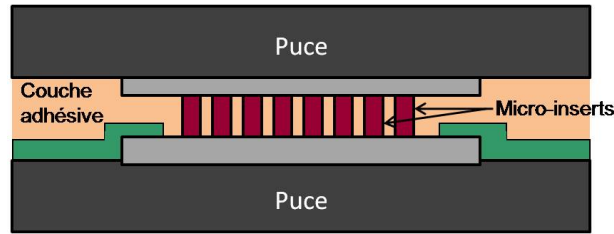


FIG. 3 – Interconnexion entre deux puces à l'aide de micro-inserts de nickel

bumping" puisque des diamètres de micro-inserts de l'ordre de  $2\mu m$  [3][5] peuvent être fabriqués alors que les "bumps" utilisés ont des diamètres de l'ordre d'une centaine de micromètres. Le procédé permettant de réaliser la connexion entre deux puces à l'aide de micro-inserts est appelé micro-insertion. Des prototypes fonctionnels semi-industriels ont déjà été fabriqués et les produits obtenus présentent un assemblage robuste permettant la réalisation d'autres étapes de procédé comme l'aminçissement. La figure 4 montre un prototype d'assemblage de composants réalisé par micro-

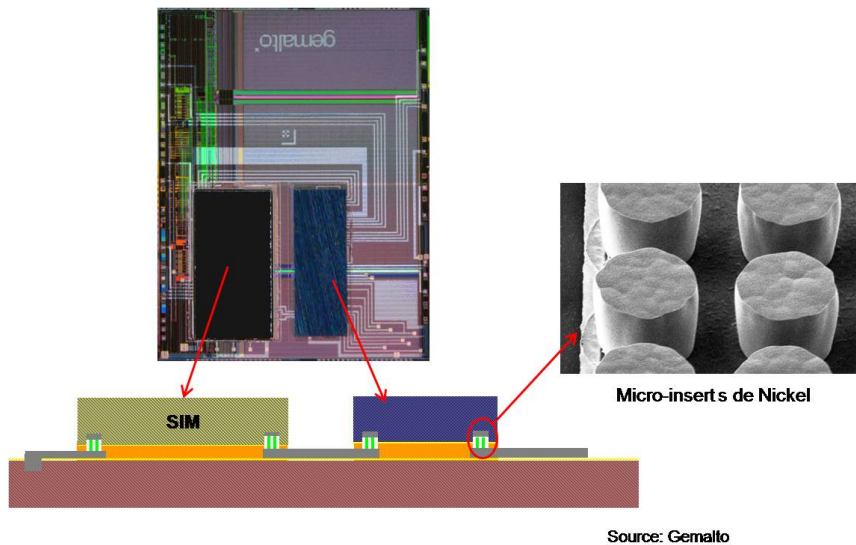


FIG. 4 – prototype d'assemblage de composants à l'aide de micro-inserts de nickel

insertion pour une application carte à puce. Les premières réalisations de prototypes promettent un bel avenir au procédé de micro-insertion, cependant, il existe à ce jour encore trop d'inconnues sur la fiabilité de ces contacts et sur les processus mis en jeu lors de l'insertion des micro-inserts de nickel dans le pad d'aluminium. Les principales questions auxquelles il faut répondre actuellement sont les suivantes :

- Dans quelle mesure le procédé de micro-insertion peut-il induire une dégradation d'un composant actif et des couches diélectriques situées sous le pad de

connexion ?

- Quelle est la valeur de la résistance de contact obtenue pour une force d'insertion donnée ?
- Quelle(s) forme(s), dimension(s) et répartition(s) les micro-inserts de nickel pourraient avoir afin d'optimiser la fiabilité et de diminuer la résistance de contact ?
- Quelle va être la fiabilité du contact électrique réalisé, par exemple lors de sollicitations thermo-mécaniques répétées du contact (cyclage) ? Ces sollicitations sont dues aux dilatations thermiques différentielles de toutes les couches constituant l'empilement des puces ("stacking") provoquées par leur échauffement en fonctionnement.

C'est dans le but de répondre à certaines de ces interrogations, notamment les trois premières, que l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne et le LETI ont envisagé cette étude. Elle porte sur l'adaptation de la technique de nanoindentation à l'étude des aspects mécaniques et électriques de la micro-insertion d'un micro-plot de nickel dans un film d'aluminium.

Le manuscrit est structuré en trois parties principales.

La première partie est consacrée à l'étude bibliographique. Dans un premier chapitre, la nanoindentation est présentée en tant que technique de caractérisation mécanique des matériaux. Cela permettra de se familiariser avec les notions de base relatives à l'utilisation classique de cette technique notamment pour la caractérisation locale des matériaux massifs et films minces. La connaissance de ces notions facilitera la compréhension du second chapitre qui est consacré à la présentation la plus large possible de toutes les techniques dérivées de la nanoindentation qui permettent la caractérisation mécanique et électrique de micro-objets. Le dernier chapitre de cette partie présente les éléments de la théorie du contact mécanique et électrique permettant de disposer d'outils nécessaires à l'interprétation des résultats.

La deuxième partie est consacrée à la mise au point du test de micro-insertion par nanoindentation et elle est divisée en trois chapitres. Le premier chapitre est réservé à la présentation d'une part des échantillons utilisés dans notre étude et d'autre part du dispositif expérimental ainsi que des modifications apportées au nanoindenteur afin d'étudier le comportement mécanique et la résistance de contact électrique lors de tests de micro-insertion. Dans les deux derniers chapitres, sont exposés les protocoles de mesure utilisés pour les tests mécaniques et électriques.

Enfin, dans la dernière partie sont présentés successivement, en deux chapitres, les résultats et les analyses issus des tests mécaniques et électriques. Du point de

vue mécanique, les études ont permis d'observer l'influence de la force maximale appliquée lors de la micro-insertion sur les éléments en contact. Ensuite, l'influence du diamètre des micro-inserts de nickel, sur le comportement mécanique du contact a été étudiée. Enfin, une étude permettant l'extraction des paramètres de fluage lors des tests de micro-insertion est présentée. Du point de vue électrique, les premiers résultats de mesure de résistance de contact sont présentés.

Une conclusion générale fera le point sur l'ensemble de ces travaux et dégagera les perspectives ouvertes par cette étude.

Première partie

**ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE**



# Chapitre 1

## Caractérisation mécanique par nanoindentation

L'essai d'indentation consiste, comme dans le cas de la mesure de dureté, à faire pénétrer une pointe supposée indéformable et de géométrie connue dans un matériau pour en déduire des propriétés mécaniques. L'évolution de la force appliquée sur la pointe d'indentation et son enfoncement dans le matériau sont mesurés en continu. Dans le cas de l'essai de dureté, les forces varient entre quelques dizaines et centaines de newtons, ce qui limite cet essai à la caractérisation mécanique des matériaux massifs. Face à la nécessité de caractériser des zones localisées et à l'utilisation croissante de films minces, l'analyse des propriétés mécaniques à des profondeurs d'enfoncement faibles devient de plus en plus indispensable. La solution existe grâce aux progrès réalisés ces dernières années dans le domaine de l'indentation instrumentée. Celle-ci permet d'appliquer des forces de l'ordre de la dizaine de micronewtons à quelques centaines de millinewtons pour des profondeurs comprises entre quelques dizaines de nanomètres et quelques micromètres. Dans ce cas, le terme de nanoindentation est communément employé [6].

Cette technique a été utilisée en premier lieu pour caractériser les matériaux massifs. Ensuite, elle a été étendue aux films minces.

### 1.1 Caractérisation des matériaux massifs

La nanoindentation offre une large gamme d'applications pour la caractérisation mécanique des matériaux : dureté, module de Young, transformation de phase, fluage, adhésion etc. La dureté et le module de Young sont les propriétés les plus



étudiées [6][7].

### 1.1.1 Mesure de la dureté et du module d'élasticité

La dureté  $H$  des matériaux est définie comme étant le rapport entre la force maximale appliquée  $F_{max}$  et l'aire de contact projetée à force maximale  $A_c$  [7] :

$$H = \frac{F_{max}}{A_c} \quad (1.1)$$

Pour les métaux, la dureté peut être associée à la limite d'élasticité. En effet, pour des profondeurs d'indentation suffisantes, il existe une relation empirique reliant la dureté et la limite d'élasticité  $\sigma_y$  [6] :

$$H = 3\sigma_y \quad (1.2)$$

Le module de Young est donné par la relation suivante [8] :

$$E_{mat} = (1 - \nu_{mat}^2) \left[ \frac{1}{E_{eff}} - \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} \right]^{-1} \quad (1.3)$$

$E_{ind}$  et  $E_{mat}$  sont respectivement les modules de Young de la pointe d'indentation et du matériau, tandis que  $\nu_{ind}$  et  $\nu_{mat}$  sont leurs coefficients de Poisson. Le module effectif  $E_{eff}$  est donné par une expression issue des travaux de Bulychev et al.[9] et il s'écrit :

$$E_{eff} = \frac{1}{\beta} \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A_c}} \quad (1.4)$$

avec  $S$  la raideur de contact,  $\beta$  étant un facteur correctif prenant en compte la forme réelle de la pointe d'indentation. La valeur de  $\beta$  est égale à 1 pour une symétrie de révolution, 1,034 pour une symétrie triangulaire et 1,012 pour une symétrie carrée [10]. Les équations ci-dessus montrent que pour déterminer la dureté  $H$  et le module de Young  $E_{mat}$ , il est indispensable de connaître les deux paramètres que sont la raideur de contact  $S$  et l'aire de contact projetée  $A_c$ . Pour déterminer  $S$  et  $A_c$ , plusieurs modèles basés sur la théorie de l'élasticité ont été développés. Ces modèles s'appuient sur l'exploitation de la courbe d'indentation.

La courbe classique d'indentation comme l'illustre la figure 1.1-b représente l'évolution de la force appliquée sur la pointe d'indentation en fonction de son déplacement dans le matériau. Elle présente deux parties distinctes. Une première partie de charge correspondant à l'enfoncement de la pointe d'indentation jusqu'au déplacement maximal  $h_{max}$ . Une deuxième partie de décharge symbolisant le retrait de la pointe d'indentation avec la présence d'une empreinte résiduelle  $h_f$ . Le paramètre  $h_c$  est appelé profondeur de contact, il désigne la profondeur le long de laquelle la pointe d'indentation et le matériau sont en contact. Concernant  $h_s$ , il représente le déplacement de la surface du matériau lors de l'indentation. La représentation de ces paramètres est décrite sur la figure 1.1-a. La courbe de charge représente le comportement élastoplastique du matériau. Quant à la décharge, elle exprime, dans un cas idéal de matériau élastoplastique, le comportement purement élastique de l'échantillon [11]. La raideur de contact est égale à la pente au début de la décharge ( $S=dF/dh$ ). Ce qui permet l'utilisation de la théorie d'élasticité pour extraire les propriétés mécaniques.

### 1.1.2 Modèle de Oliver et Pharr

Les premiers modèles du contact élastique ont été développés à la fin du 19<sup>ème</sup> siècle par Boussinesq et Hertz [7]. Boussinesq [12] étudie les contraintes et les déplacements d'un contact élastique entre une pointe d'indentation rigide axisymétrique et un corps élastique grâce à la théorie du potentiel. Quant à Hertz [13], il analyse le contact élastique entre deux sphères de rayons différents et de modules de Young différents. C'est seulement bien plus tard, au début des années 50, que Sneddon [14] développe un modèle permettant l'analyse des propriétés mécaniques des matériaux à partir des courbes d'indentation. Son modèle permet d'établir la relation entre la force appliquée et la profondeur d'enfoncement lors de l'indentation :

$$F = \alpha h^m \quad (1.5)$$

$F$  étant la force appliquée sur la pointe d'indentation,  $h$  est son déplacement total,  $\alpha$  est une constante qui dépend du matériau et  $m$  est aussi une constante qui est fonction de la géométrie de la pointe d'indentation. Les valeurs de  $m$  pour les pointes d'indentation habituelles sont :  $m=1$  pour un cylindre plat,  $m=1,5$  pour une sphère ou un paraboloïde et  $m=2$  pour un cône. A partir des années 80 plusieurs modèles basés sur la théorie élastique de Sneddon ont été proposés pour calculer  $H$  et  $E_{mat}$

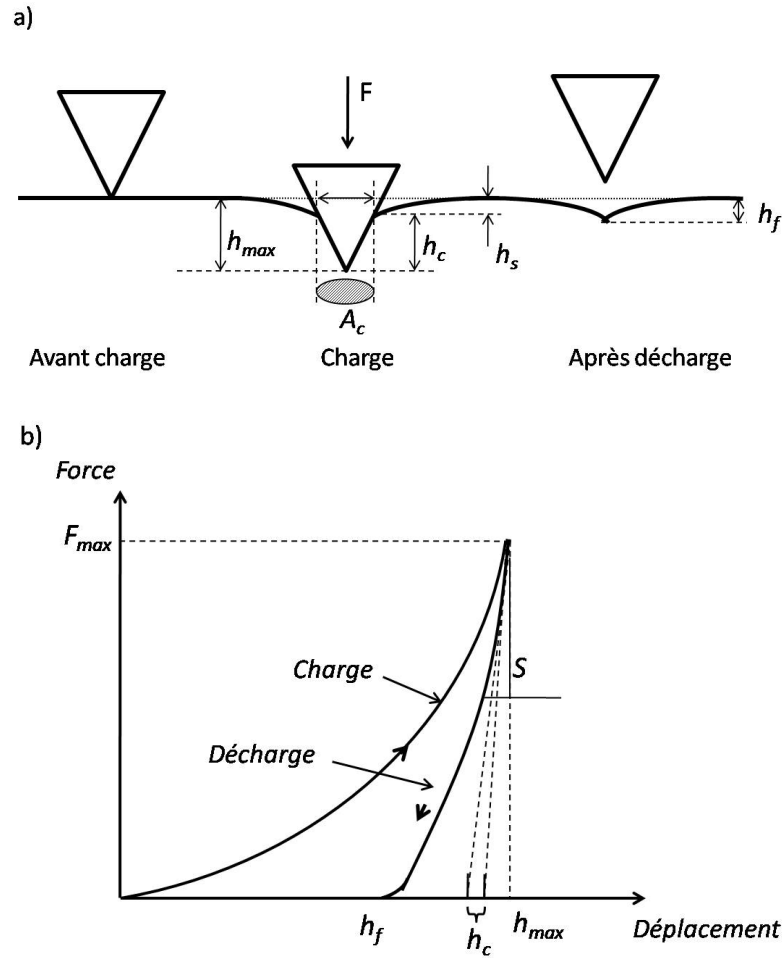


FIG. 1.1 – Représentations schématiques de a) l'évolution de la surface d'un échantillon lors de l'indentation et b) exemple de courbe d'indentation d'un matériau élastoplastique

[15]. Le modèle le plus récent et le plus utilisé est celui de Oliver et Pharr. Ces derniers proposent en 1992 une remise en cause de l'approche de Doerner et Nix établie six ans plus tôt [6].

Après plusieurs expériences sur plusieurs métaux, Doerner et Nix [16] considèrent l'hypothèse selon laquelle l'aire de contact entre une pointe d'indentation axisymétrique et le matériau testé est constante au début de la décharge. Ce qui revient à considérer le début de la décharge comme linéaire. Le début de la décharge est décrit par les mêmes équations que la décharge d'un cylindre plat de même aire de contact. La pente de cette partie linéaire permet de déterminer la raideur de contact  $S$  à partir de la formule de Sneddon [17][10] :

$$S = 2aE_{eff} \quad (1.6)$$

où  $a$  est le rayon de contact. Le modèle de Doerner et Nix n'est pas exempt d'imperfections, c'est ce que vont montrer Oliver et Pharr.

A partir d'expériences d'indentation réalisées sur six matériaux différents, Oliver et Pharr [7] montrent que l'hypothèse de la linéarité du début de la courbe de décharge n'est pas satisfaite. Par conséquent ils suggèrent l'utilisation d'une fonction puissance pour mieux représenter la courbe de décharge et déterminer ainsi la valeur de  $S$ . Elle est inspirée de la théorie de Sneddon (voir équation 1.5). A la décharge, la force est reliée à l'enfoncement par :

$$F = B(h - h_f)^m \quad (1.7)$$

où  $h$  est le déplacement élastique de la pointe d'indentation,  $B$ ,  $m$  et  $h_f$  sont des constantes déterminées par ajustement. L'exposant  $m$  varie entre 1,2 et 1,6. Connaissant ces paramètres, il est facile de déduire la raideur de contact en calculant la dérivée de la force à la profondeur  $h_{max}$  :

$$S = \frac{dF}{dh} = mB(h_{max} - h_f)^{m-1} \quad (1.8)$$

Concernant l'aire de contact, sa détermination nécessite la connaissance de la géométrie de la pointe d'indentation et de la profondeur de contact  $h_c$ . Pour une pointe de type Berkovich parfaite (pyramide à trois faces),  $A_c$  s'écrit [6] :

$$A_c = 3\sqrt{3}h_c^2 \tan^2 \theta \quad (1.9)$$

où  $\theta$  représente le demi angle au sommet de la pointe d'indentation. En général,  $\theta$  est égal à  $65,27^\circ$ , ce qui permet réécrire l'équation ci-dessus sous la forme :

$$A_c = 24,5h_c^2 \quad (1.10)$$

Pour déterminer  $A_c$ , il est donc indispensable de connaître  $h_c$ . Doerner et Nix, à partir de leur modèle, ont proposé d'extrapoler la pente initiale de la décharge à force nulle. Cette méthode présente des imprécisions selon Oliver et Pharr puisque le début de la décharge n'est pas linéaire. De ce fait, ces derniers déterminent  $h_c$  à partir de la courbe d'indentation par la relation suivante :

$$h_c = h_{max} - h_s \quad (1.11)$$

où  $h_{max}$  est donné par la courbe d'indentation et  $h_s$  est fonction de la force maximale, de la raideur de contact et de la géométrie de la pointe d'indentation :

$$h_s = \epsilon \frac{F_{max}}{S} \quad (1.12)$$

- $\epsilon = 1$  pour un cylindre plat ;
- $\epsilon = 0,75$  pour un paraboloïde de révolution ;
- $\epsilon = 0,72$  pour un cône.

Pour une pointe d'indentation réelle, il est tenu compte de l'imperfection de la géométrie de la pointe et l'équation 1.10 devient :

$$A_c = 24,5h_c^2 + C_1h_c + C_2h_c^{1/2} + \dots + C_8h_c^{1/128} \quad (1.13)$$

Les coefficients  $C_1 \dots C_8$  prennent en compte l'usure de la pointe d'indentation. Ils sont déterminés par une calibration à partir d'une série d'expériences d'indentation réalisée sur un matériau (généralement la silice fondue).

Les résultats obtenus pour le calcul du module de Young des matériaux étudiés à partir des relations 1.3 et 1.4 en utilisant les relations 1.8 et 1.13 montrent un bon accord avec les mesures données dans la littérature. Quand à la dureté 1.1 mesurée par Oliver et Pharr à l'aide de la relation 1.8, elle peut différer de la dureté déterminée par mesure directe de l'empreinte résiduelle. L'empreinte résiduelle qui ne prend en compte que les déformations plastiques peut être légèrement plus petite que l'aire de contact projetée calculée sous force maximale. A force maximale, il est tenu compte de déformations élastiques et plastiques.

### 1.1.3 Limites du modèle de Oliver et Pharr

Pour calculer l'aire de contact, Oliver et Pharr considèrent un effondrement de matière lors de l'indentation ; ce phénomène est appelée sink-in. Or, certains matériaux, lorsqu'ils sont indentés, révèlent une accumulation de matière sur les bords de l'empreinte (bourrelet) : c'est le phénomène de pile-up. Ces deux phénomènes sont représentés à la figure 1.2. Quand le phénomène de pile-up se produit, l'aire réelle

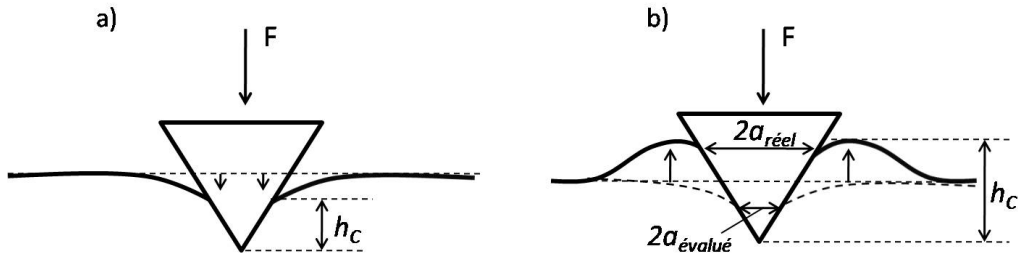


FIG. 1.2 – Représentation schématique des comportements de type a) sink-in et b) pile-up

de contact est plus grande que celle prédite par la méthode de Oliver et Pharr (voir figure 1.2). Il en résulte une surestimation de la dureté d'après l'équation 1.1 et du module de Young d'après les équations 1.3 et 1.4 qui peut atteindre 50% [18][19].

En introduisant le facteur  $\beta$  dans l'équation 1.4, il est tenu compte du fait que les pointes d'indentation pyramidales ne sont pas idéalement axisymétriques. Les valeurs utilisées par Oliver et Pharr sont issues de travaux préalables [10] où elles sont évaluées au moyen de simulations par éléments finis. Depuis, de nombreux auteurs se sont intéressés à l'évaluation de  $\beta$  [8][20][21] pour une meilleure estimation de la dureté et du module de Young. Leurs travaux ont montré une dépendance de  $\beta$  avec le demi angle au sommet de la pointe  $\phi$  et le coefficient de Poisson  $\nu$  du matériau indenté selon la formule :

$$\beta = \pi \frac{\left[ \frac{\pi}{4} + 0,1548 \cot \phi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]}{\left[ \frac{\pi}{2} + 0,8312 \cot \phi \frac{(1-2\nu)}{4(1-\nu)} \right]^2} \quad (1.14)$$

Dans le cas d'une pointe de type Berkovich,  $\beta$  varie entre 1,02 et 1,08 [18].

Lors de l'essai d'indentation, certains métaux et les polymères présentent un effet de fluage. Ce dernier est mis en évidence sur la courbe d'indentation (figure

1.3) comme étant une augmentation du déplacement pour une diminution de la force lors du début de la décharge [22]. Le fluage au début de la décharge entraîne des erreurs sur l'estimation des propriétés mécaniques puisque la raideur de contact est, comme explicité ci-dessus, calculée à partir du début de la décharge. Pour éviter des erreurs de plus 20% sur le calcul de  $H$  et  $E_{mat}$ , Chadoba et Richter [22] proposent de maintenir la force maximale pendant une période de 10 à 60 secondes avant la décharge afin de limiter l'influence du fluage.

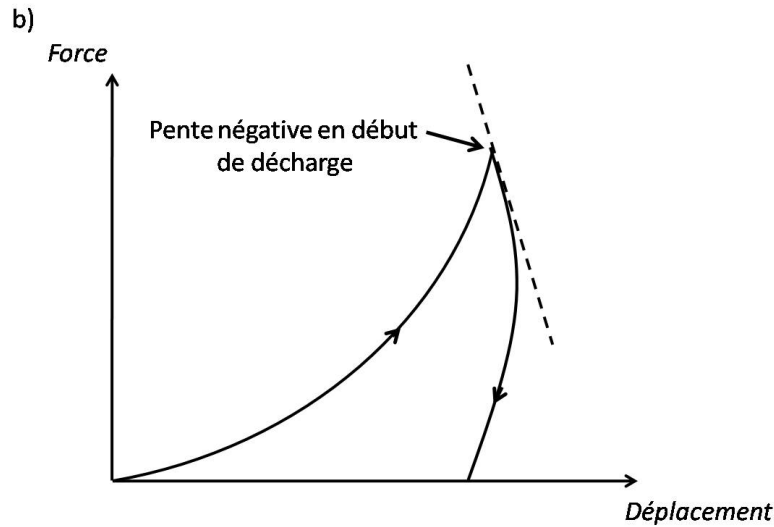


FIG. 1.3 – Représentation schématique du fluage en début de décharge

## 1.2 Caractérisation des films minces

De par leurs faibles dimensions, les propriétés mécaniques des films minces sont délicates à déterminer. En général, elles diffèrent de celles des matériaux massifs à cause de la présence de contraintes résiduelles, de textures cristallographiques fortes ainsi que de microstructures spécifiques [6][23][24][25].

La nanoindentation permet la caractérisation de films minces sans les séparer du substrat. Cela est possible grâce aux résolutions en force de l'ordre de la centaine de nanonewtons et en déplacement de quelques nanomètres. Cependant, dissocier les propriétés du film de celles du substrat n'est pas un exercice facile à cause de la finesse du film qui limite la profondeur d'indentation. Pour éviter l'effet du substrat, il est communément admis que la profondeur d'indentation doit être inférieure à 10% de l'épaisseur du film. Même si cette règle n'a pas de fondement physique

[26][6][27][28], elle est expérimentalement vérifiée sur des épaisseurs de films supérieures au micron. Pour des épaisseurs de quelques centaines de nanomètres, cette règle est difficilement applicable à cause de la contamination et de la rugosité des matériaux. Par conséquent, il est nécessaire de développer des modèles permettant de séparer les propriétés du film et du substrat. C'est en ce sens que plusieurs solutions ont été proposées dans la littérature, la plupart considérant le cas d'un système film/substrat. Dans le cas d'un système multicouches, il est plus difficile de dissocier l'influence des différents matériaux.

### 1.2.1 Estimation de la dureté

Pour estimer la dureté des films déposés sur substrat, plusieurs modèles qui diffèrent par leurs hypothèses respectives ont été développés [29][30][31][32][27]. Ils expriment la dureté mesurée comme étant une dureté composée  $H_c$  qui est fonction de la dureté du film  $H_f$  et du substrat  $H_s$ . La dureté composée s'écrit généralement sous la forme d'une loi additive proposée par Bückle [33] :

$$H_c = H_s + \alpha (H_f - H_s) \quad (1.15)$$

où le coefficient  $\alpha$  peut s'écrire de différentes manières suivant les modèles. Parmi ces modèles, celui de Jönsson et Hogmark [29] est le plus employé grâce à sa simplicité et son utilisation possible pour des systèmes multicouches. Il a été développé avec une pointe de type Vickers (pyramide à quatre faces) et pour un film de dureté supérieure à celle du substrat. Dans ces conditions, les auteurs supposent une fissuration du film sous la pointe d'indentation et considèrent que la charge au centre de l'indentation est entièrement supportée par le substrat à travers l'aire  $A_s$ . Tandis que le film ne supporte la charge que sur les bords de la pointe d'indentation à travers l'aire  $A_f$ . En effet, comme le montre la figure 1.4, les aires de contact sont supposées différentes dans le film et le substrat.

La dureté du système film/substrat est donnée par la relation suivante :

$$H_c = H_s + \left( \frac{A_f}{A} \right) (H_f - H_s) \quad (1.16)$$

où  $A$  est l'aire de contact totale qui est la somme de  $A_f$  et  $A_s$ . Pour déterminer la valeur de  $H_f$ , les auteurs préconisent de mesurer  $H_s$  avant le dépôt du film tout en



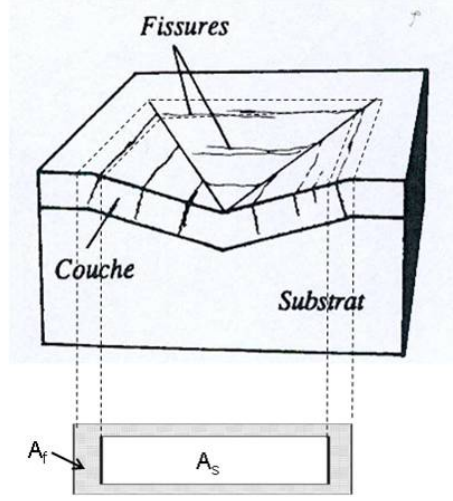


FIG. 1.4 – Géométrie du modèle de Jönsson et Hogmark [29]

faisant l'hypothèse que celle-ci reste constante après dépôt. Le rapport des surfaces  $A_f/A$  est calculée en fonction de l'épaisseur du film, de la diagonale de l'empreinte et de la déformation du film. Quand à  $H_c$ , elle est obtenue expérimentalement.

Ce modèle n'est acceptable que si la profondeur de pénétration est supérieure à l'épaisseur du film. D'autres modèles plus récents comme ceux de Burnett et al. [30] et Lesage et al. [32]. suggèrent de prendre en compte les volumes déformés sous la pointe d'indentation. De ce fait, ces auteurs proposent une loi de mélange volumique inspirée de l'approche de Jönsson et Hogmark. Cette approche est plus représentative de la déformation des matériaux sous la pointe d'indentation.

### 1.2.2 Estimation du module de Young

King [10] réévalue l'approche empirique de Doerner et Nix [16] en utilisant les éléments finis pour donner l'expression du module effectif  $E_{eff}$  qui est la combinaison des caractéristiques élastiques du film, du substrat et de la pointe d'indentation :

$$E_{eff} = \left[ \frac{1 - \nu_{ind}^2}{E_{ind}} + \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} \left( 1 - e^{-\frac{\alpha t}{\sqrt{A_c}}} \right) + \frac{1 - \nu_s^2}{E_s} e^{-\frac{\alpha t}{\sqrt{A_c}}} \right]^{-1} \quad (1.17)$$

où  $E_f$  et  $E_s$  sont respectivement les modules de Young du film et du substrat,  $t$  représente l'épaisseur du film et  $\alpha$  est un paramètre empirique qui est fonction de  $A_c$ ,  $t$  et de la pointe d'indentation. Pour une pointe de type Berkovich et un rapport  $\sqrt{A_c}/t = 1$ , King a estimé la valeur de  $\alpha$  à 1,2 [10]. Pour une pointe d'indentation

infiniment rigide ( $E_{ind} \rightarrow \infty$ ), le module effectif varie entre les limites des propriétés du film quand  $\sqrt{A_c}/t \rightarrow 0$  et du substrat quand  $\sqrt{A_c}/t \rightarrow \infty$ .

Gao et Al.[34] en analysant la perturbation du module donnent la formule suivante :

$$E_{eff} = E_s + (E_f - E_s) I_0 \quad (1.18)$$

où  $I_0$  est une fonction de pondération qui dépend de l'épaisseur  $t$  du film, du rayon de l'aire de contact  $a$  et du coefficient de Poisson  $\nu$ . Un exemple de l'évolution de  $I_0$  pour des valeurs de  $\nu$  égales à 0,2 et 0,4 est représentée sur la figure 1.5.

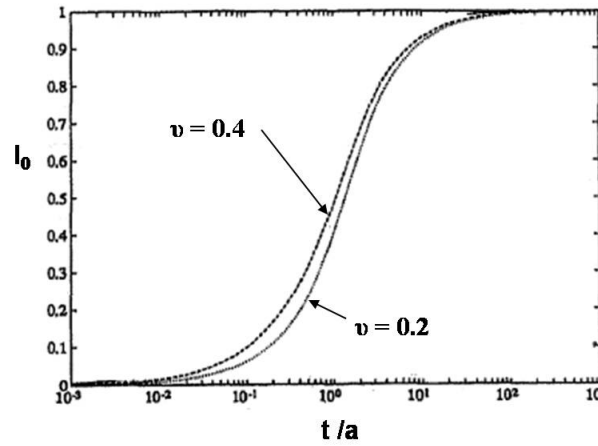


FIG. 1.5 – Evolution de la fonction de pondération  $I_0$  de l'équation 1.18 [34]

### 1.2.3 Caractérisation par la méthode dynamique

Avec la méthode de Oliver et Pharr, la raideur de contact est calculée, par une méthode statique, au début de la décharge donc au maximum de la profondeur d'indentation. C'est effectivement ce qui limite cette méthode à des profondeurs d'indentation supérieures au micron. Grâce à la méthode CSM pour "Continuous Stiffness Measurement" ou mesure continue de la raideur de contact, il est maintenant possible de mesurer la raideur de contact de façon continue dès la première dizaine de nanomètres. Pour cela, une petite oscillation de pulsation constante  $\omega$  est superposée à la consigne [35][18][36]. Donc plusieurs cycles charge-décharge sont imposés lors de la phase de chargement (voir figure 1.6). Les signaux dynamiques

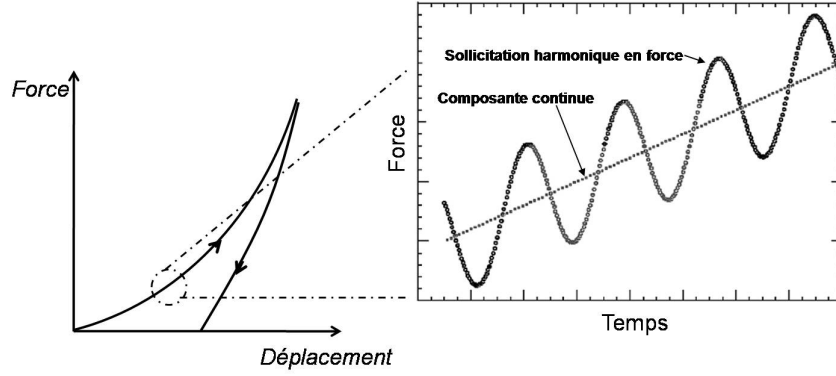


FIG. 1.6 – Modèle dynamique (continuous stiffness measurement)

résultants sont ensuite analysés pour déterminer la raideur de contact dont l'expression est donnée par :

$$S = \left[ \frac{1}{\frac{F_0}{z_0} \cos \Phi - (K_s - m\omega^2) - K_f^{-1}} \right]^{-1} \quad (1.19)$$

où  $K_f$  est la raideur de l'instrument,  $K_s$  la raideur des lames ressorts,  $F_0$  et  $z_0$  représentent respectivement les amplitudes de la force et du déplacement. Le paramètre  $m$  est la masse du Nanoindenteur et  $\Phi$  représente la phase du déplacement de la masse par rapport à la valeur de la force d'excitation. Ces grandeurs sont représen-

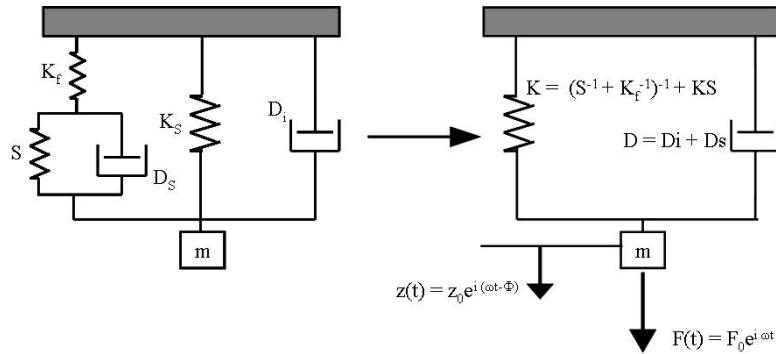


FIG. 1.7 – Oscillateur harmonique représentatif du système pointe d'indentation-échantillon [35]

tées dans le modèle d'oscillateur harmonique du système Nanoindenteur-échantillon de la figure 1.7. L'analyse ayant permis la détermination de la raideur de contact  $S$  est détaillée dans l'annexe 1.

A partir de l'expression de  $S$ , il est possible de remonter au calcul de  $h_c$  donc de  $A_c$  à partir des équations 1.10 et 1.13. Ainsi, le module de Young et la dureté sont calculés en fonction du déplacement de la pointe d'indentation. Nous avons effectué un essai d'indentation par la méthode CSM sur un échantillon constitué d'un film d'aluminium de  $450nm$  d'épaisseur déposé sur un substrat de silicium. L'évolution du module de Young en fonction du déplacement, tracée à partir d'une moyenne d'un ensemble de 15 indents, est représentée sur la figure 1.8. Lorsque le déplacement

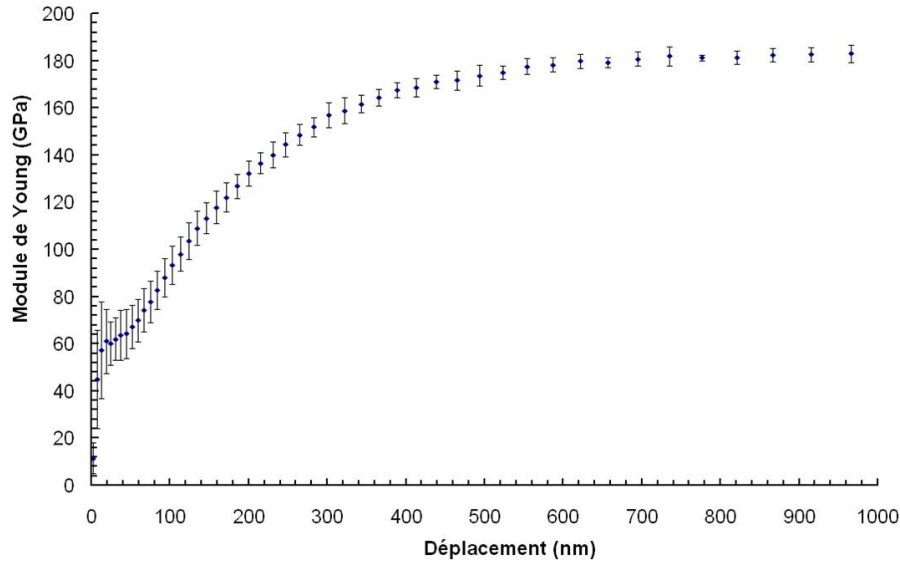


FIG. 1.8 – Evolution du module de Young en fonction du déplacement par la méthode CSM d'un système film d'aluminium/silicium avec une fréquence d'oscillation de 45Hz

est compris entre  $20nm$  et  $50nm$ , la valeur du module de Young reste à peu près constante et égale à  $62,8 \pm 9,3GPa$ . Cette valeur est proche de la valeur donnée par Saha et al. ( $65GPa$ ) [37] pour un film d'aluminium d'épaisseur égale à  $500nm$ . Au fur et à mesure que le déplacement de la pointe d'indentation dans le matériau augmente, le module de Young évolue vers de plus fortes valeurs. Ceci traduit la présence d'un matériau de module de Young supérieur à celui de l'aluminium, en l'occurrence le substrat de silicium. Une fois le déplacement supérieur à l'épaisseur du film, le module de Young se stabilise à une valeur de l'ordre  $179,9 \pm 1,7GPa$ . Cette valeur représente le module de Young du silicium et elle est comprise dans l'intervalle de valeurs donné, pour le silicium massif, par Fischer-Cripps soit 170-180GPa [6].

Cette méthode permet ainsi de mesurer les propriétés mécaniques des films de quelques centaines de nanomètres d'épaisseur déposés sur substrat. Elle permet éga-

lement de s'affranchir de l'effet du fluage [6][36] puisqu'il n'est pas nécessaire d'utiliser le début de la décharge où ce problème peut être rencontré.

## 1.3 Bilan

La nanoindentation est une technique de caractérisation mécanique permettant d'analyser les matériaux à des profondeurs faibles. Les propriétés mécaniques les plus étudiées demeurent la dureté et le module de Young. Pour les matériaux massifs, la méthode d'Oliver et Pharr a fortement contribué au développement de cette technique. Cependant la méthode de Oliver et Pharr présente des limites de deux ordres. La première est liée à l'estimation de l'aire de contact, qui, pour certains matériaux est faussée par la présence de bourrelet au bord de l'empreinte. La deuxième limite concerne la détermination de la raideur de contact au début de la décharge donc au maximum d'enfoncement, ce qui empêche la caractérisation de film d'épaisseur inférieure au micromètre. Concernant la caractérisation des films minces, la difficulté concerne la séparation des propriétés du film et du substrat surtout lorsque l'épaisseur du film est inférieure au micron. En ce sens, plusieurs modèles empiriques ont été proposés. Ces derniers nécessitent la connaissance des caractéristiques du substrat. Ceci n'est pas le cas de la méthode CSM qui permet l'évaluation des propriétés en fonction de l'enfoncement de la pointe d'indentation. De nos jours, cette méthode est la plus utilisée pour les films minces et c'est elle qui est employée pour les mesures de propriétés mécaniques présentées dans la suite.

Nous avons présenté ici les applications classiques de la nanoindentation. Toutefois, cette technique est étendue à la caractérisation de micro-objets. Dans ce domaine, la nanoindentation permet non seulement la caractérisation mécanique mais aussi un couplage mécanique-électrique.

## Chapitre 2

# Application de la nanoindentation aux micro-objets

Même si la nanoindentation est très largement employée pour la caractérisation mécanique de matériaux massifs et de films minces, elle est aussi utilisée pour étudier le comportement mécanique et le couplage mécanique-électrique dans les micro-objets. Dans ce qui suit, sera abordé, dans un premier temps, le comportement purement mécanique. Deux types d'essai seront concernés : la flexion de micro-commutateurs et la compression de micro-cylindres. Dans un deuxième temps, le couplage mécanique-électrique sera présenté.

### 2.1 Flexion de micro-commutateurs

Les micro-commutateurs sont des structures suspendues d'architecture similaire à celle d'un transistor à effet de champ (voir figure 2.1). Ils sont constitués d'une électrode de commande (grille) qui permet d'isoler ou de connecter les électrodes d'entrée (source) et de sortie (drain) grâce à une structure mobile ou mécaniquement déformable (micro-poutre ou micro-pont). La déformation de la structure mobile nécessite l'action d'une force extérieure. Celle-ci peut être générée de différentes manières : par commande électrostatique, magnétique, thermique et piézoélectrique. Les micro-commutateurs sont en général fabriqués par micro-usinage de volume, méthode directement issue des techniques de réalisation des circuits intégrés (lithographie, dépôt de films, gravures).

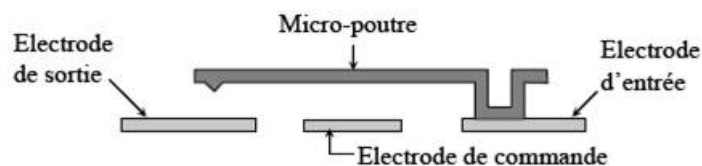


FIG. 2.1 – Micro-commutateur à base de micro-poutre

### 2.1.1 Flexion d'une micro-poutre

La représentation schématique de la géométrie d'une micro-poutre est donnée sur la fig. 2.2-a où  $e$ ,  $l$  et  $L$  représentent respectivement l'épaisseur, la largeur et la longueur de la micro-poutre. Les dimensions relevées dans la littérature sont, pour  $e$ , comprises entre le micromètre et quelques dizaines de micromètres. Elles sont de quelques dizaines de micromètres pour  $l$  et enfin de quelques centaines de micromètres voire du millimètre pour  $L$ .

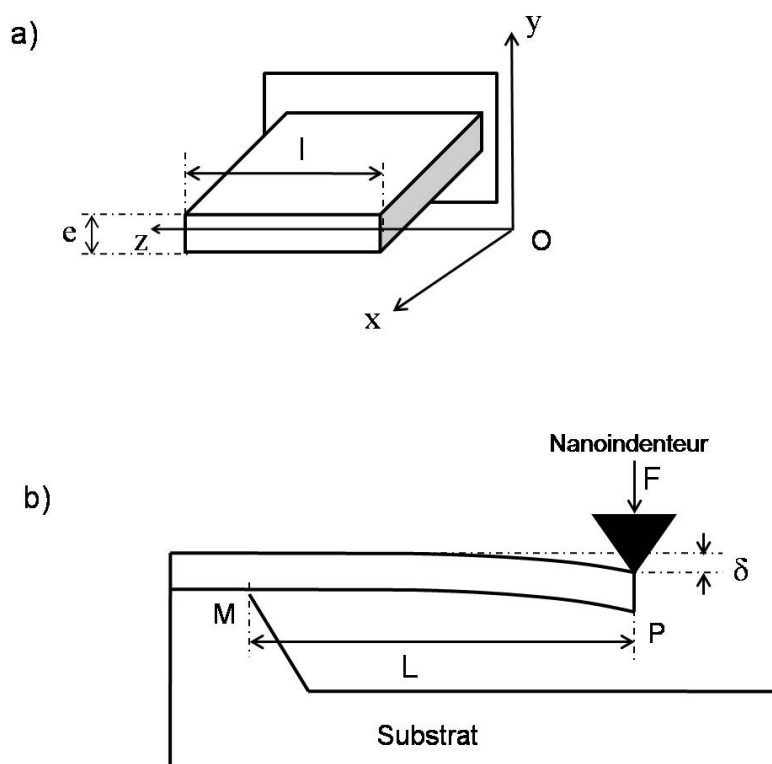


FIG. 2.2 – a) Géométrie d'une micro-poutre et b) principe de la flexion

L'essai de flexion d'une micro-poutre par nanoindentation a été réalisé pour la

première fois en 1988 par Weihs et al. [38]. L'essai tel qu'il a été imaginé par ces auteurs est illustré sur la figure 2.2-b. Ici,  $L$  représente également la distance entre le point P d'application de la force et le point d'encastrement M. La procédure consiste à amener en contact la pointe d'indentation avec la partie supérieure de la micro-poutre. Ensuite, par l'application d'une force donnée, la pointe est déplacée vers le bas entraînant ainsi la micro-poutre. La force appliquée sur la micro-poutre et la déflexion de la micro-poutre sont mesurées en continu. Ce qui permet de tracer la courbe force-déflexion  $F-(\delta)$  à partir de laquelle sont déduites les propriétés mécaniques.

L'essai de flexion présente l'intérêt de fournir simultanément les propriétés élastique et plastique de la micro-poutre testée. Dans le cas d'une poutre composée d'un seul matériau, il est possible de déterminer le module de Young et la limite d'élasticité.

Le module de Young est obtenu en mesurant la pente de la courbe  $F-(\delta)$  et connaissant la géométrie de la micro-poutre [23][25] :

$$E = \left(\frac{F}{\delta}\right) \frac{4L^3}{le^3} \quad (2.1)$$

Cette relation est valable pour des valeurs de déflexion  $\delta$  faibles devant la longueur  $L$ .

La valeur de la contrainte dans la direction  $x$  au point  $P(x,y)$  d'une micro-poutre de section rectangulaire est donnée par la relation suivante :

$$\sigma(x,y) = \frac{M(x)}{I} y \quad (2.2)$$

où  $y$  est l'ordonnée,  $M(x)$  représente la valeur locale du moment de flexion par rapport à l'axe  $(O,z)$  et  $I$  représente le moment d'inertie, qui, pour la section rectangulaire est égale à  $I = \frac{le^3}{12}$ . Pour une force appliquée au point P, la contrainte maximale  $\sigma_m$  dans la micro-poutre est obtenue pour la fibre la plus éloignée du plan neutre  $y=e/2$  et dans la section d'encastrement  $x = x_M$  [23][24] :

$$\sigma_m = \frac{6FL}{le^2} \quad (2.3)$$



Dans le cas des micro-poutres, la limite d'élasticité est la valeur de la contrainte maximale lorsque la courbe  $F-(\delta)$  présente une déviation par rapport à la droite initiale [23]. Dans le cadre des travaux de Kwon et al.[23], cette déviation est prise égale à 2% comme le montre la figure 2.3.

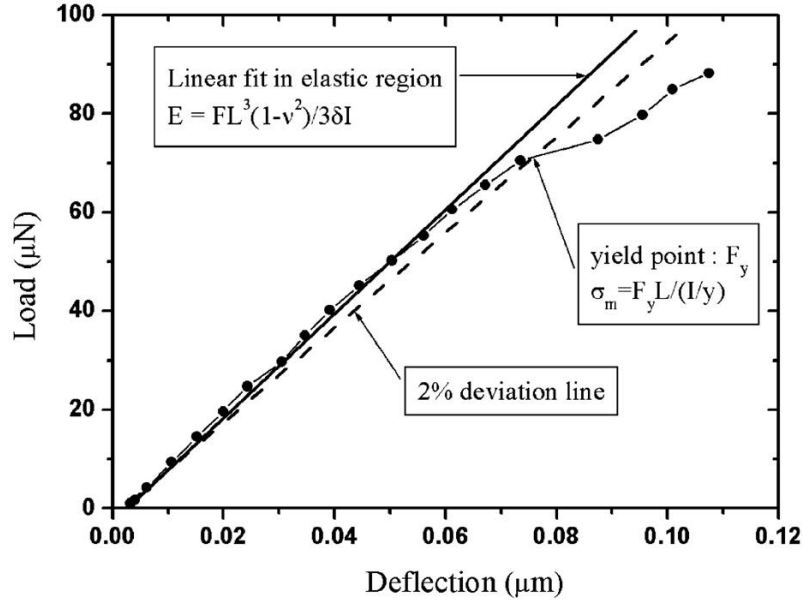


FIG. 2.3 – Illustration de la limite d'élasticité à partir de la courbe force-déflexion dans le cas d'une micro-poutre d'Al [23]

Les techniques de fabrication des micro-commutateurs comme le micro-usinage de volume ne permettent pas d'avoir des dépôts de films homogènes aux faibles épaisseurs [39]. En effet des inhomogénéités de dépôt pouvant atteindre 1 à 2 microns sont notées lors de la fabrication des micro-poutres par ces techniques [40][24]. Ceci est inhérent aux étapes de photolithographie et de gravure et peut induire des erreurs dans l'estimation des propriétés mécaniques, d'autant plus que le module d'élasticité est proportionnel à  $1/e^3$  et la contrainte à  $1/e^2$ . Des variations d'épaisseur peuvent causer des erreurs dans l'estimation des contraintes de l'ordre de 14% [24]. Il est donc nécessaire de contrôler systématiquement la géométrie des micro-poutres. Une autre difficulté rencontrée lors de la flexion concerne le glissement de la pointe d'indentation par rapport à son premier point d'appui ou sa pénétration dans le matériau constituant la micro-poutre [41][23]. Pour minimiser ces risques, un choix judicieux de la géométrie de la pointe d'indentation est essentiel.

La caractérisation des micro-commutateurs ne s'arrête pas seulement au seul cas des micro-poutres. En effet, l'analyse de micro-ponts composés d'un seul film ou de

plusieurs films a fait l'objet de plusieurs études [42][43][44]. Le principe de l'essai de flexion par nanoindentation d'un micro-pont constitué d'un film est présenté sur la figure 2.4. Cependant, comme dans le cas des micro-poutres, des erreurs de calcul

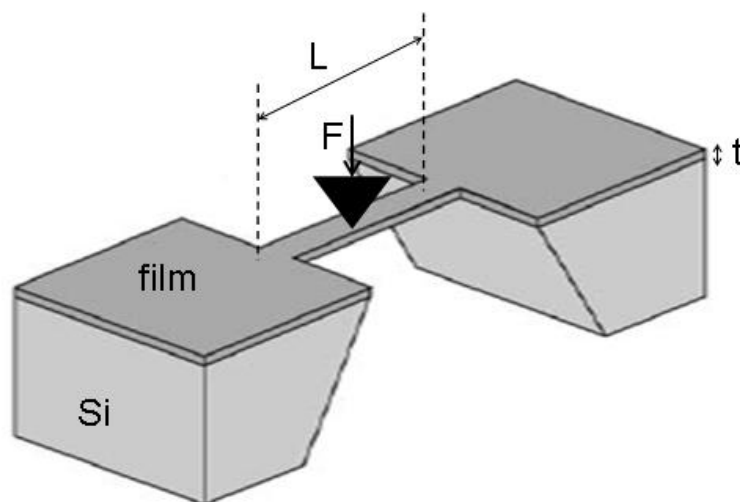


FIG. 2.4 – Exemple d'un micro-pont composé d'un système film/substrat

peuvent être notées, en particulier à cause d'inhomogénéité d'épaisseur de dépôt [45].

## 2.2 Compression uniaxiale de micro-cylindres

L'utilisation de la nanoindentation pour réaliser des essais de compression de micro-cylindres est très récente. En effet, les premiers essais datent de 2003 et ils sont l'œuvre de Uchic et al. [46]. Les micro-cylindres ont des diamètres qui varient entre quelques centaines de nanomètres à quelques dizaines de micromètres et un facteur de forme (hauteur/diamètre) compris entre 1 et 4. Ils sont en général fabriqués grâce à la technique de micro-usinage par FIB (Focused Ion Beam, pour faisceau d'ions focalisés). Une photographie obtenue au microscope électronique à balayage (MEB) d'un exemple de micro-cylindre est présenté sur la figure 2.5-a.

Depuis les premières expériences de Uchic et al., d'autres études ont été réalisées. Leur objectif est d'analyser l'effet de taille sur les propriétés plastiques de micro-cylindres à l'échelle micronique et submicronique.

### 2.2.1 Principe de la compression

Pour réaliser la compression, les pointes d'indentation classiques de forme pyramidale sont modifiées afin d'obtenir un bout plat. Le diamètre du cercle inscrit dans le carré formant le bout de la pointe d'indentation doit être supérieur au diamètre du micro-cylindre. L'essai consiste à mettre d'abord en contact la pointe à bout plat et le micro-cylindre et ensuite à lui appliquer une force qui est mesurée en continu en même temps que le déplacement résultant. La figure 2.5-b montre le principe de la compression par nanoindentation. Les données force-déplacement  $F(h)$

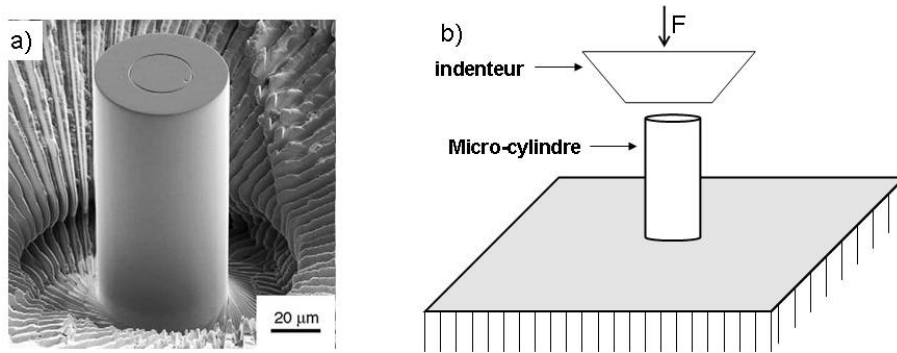


FIG. 2.5 – a) Micro-cylindre d'un alliage  $Ni_3Al$  réalisé par micro-usinage FIB [47] et b) principe de la compression

recueillies lors de la compression sont converties en courbes contrainte-déformation. Ces courbes sont tracées pour différents diamètres de micro-cylindre afin d'étudier l'effet de taille sur les propriétés plastiques.

### 2.2.2 Effet de taille et déformation des micro-cylindres

L'effet de taille peut être défini comme un changement de propriétés des matériaux (mécanique, électrique, optique ...) dû à une variation d'une part des dimensions des structures internes comme la taille des grains et d'autre part des dimensions géométriques des échantillons [46]. Dans le cas des micro-objets où des tailles de grains submicroniques sont souvent rencontrées, le comportement mécanique ne peut plus être décrit par les lois physiques classiques. La compression de micro-cylindres par nanoindentation participe à la compréhension des mécanismes de déformation plastique dus à la réduction de taille des matériaux. L'analyse proposée s'appuie sur les courbes contrainte-déformation obtenues après compression. Un exemple de courbe représentant la compression de micro-cylindres de nickel monocristallin de diamètre compris entre  $165nm$  et  $2\mu m$  est donné sur la figure 2.6. Chacune des

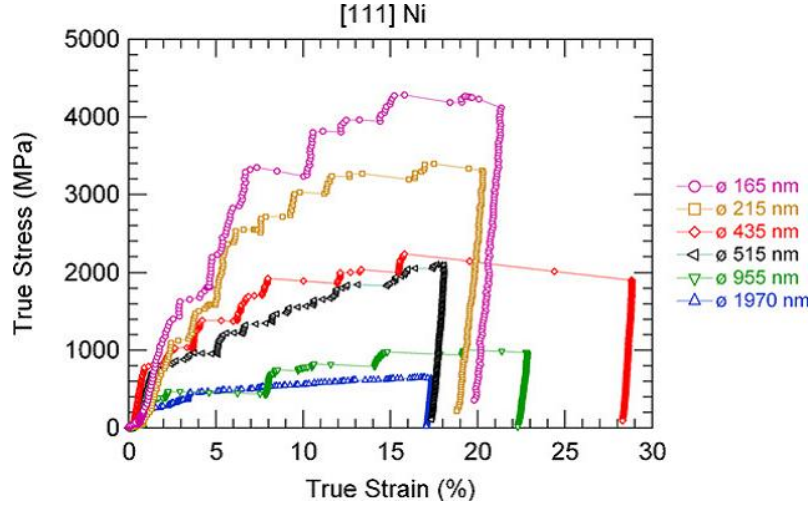


FIG. 2.6 – Représentation des courbes de contrainte-déformation pour différents diamètres de micro-cylindre de Ni monocristallin [48]

courbes montre, durant la charge, des déformations élastiques séparées par une série de propagations brutales des dislocations. Les dislocations sont des défauts linéaires dans l'arrangement périodique des cristaux. Leur mouvement sous l'effet d'une contrainte est connu comme étant la source des déformations plastiques. La figure 2.6 montre également, pour une déformation donnée, une augmentation de la contrainte quand le diamètre du micro-cylindre diminue. Ceci permet de trouver une corrélation entre la limite d'élasticité et le diamètre de micro-cylindre. Ces observations sur l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation ont été également relevées dans tous les travaux trouvés dans la littérature pour des micro-cylindres d'or monocristallin [49][50], d'alliage  $Ni_3Al$  monocristallin [46][47][51], d'aluminium polycristallin [52] et de nickel monocristallin [46][53].

Au début de la compression, les micro-cylindres se déforment de façon élastique. Dans cette phase, ils reprennent leur forme d'origine lorsque la contrainte est supprimée. Concernant la série de propagations brutales des dislocations, qui correspond à une série de déformations plastiques, peu d'études ont été menées pour expliquer leur origine. Seuls Greer et al. [49][50], à partir d'essais de compression de micro-cylindres d'or monocristallin, ont tenté de proposer un modèle appelé "dislocation starvation" ou épuisement de dislocation. En général, ce sont la formation et le déplacement des dislocations qui sont à l'origine de la déformation plastique. Lors de leur déplacement, les dislocations peuvent se multiplier. Le modèle de Greer et al. est basé sur la multiplication des dislocations selon Gilman [54] qui préconise une distance caractéristique minimale de déplacement d'une dislocation avant de se

multiplier. Dans le cas de l'argent, cette distance est de l'ordre de  $1\mu m$ . Dans le cas d'un matériau massif, nous pouvons comprendre que les dislocations puissent aisément se multiplier sous l'effet d'une contrainte. En revanche, en cours de déformation plastique des micro-cylindres, la distance entre la source de dislocations et la surface libre des échantillons n'est pas assez grande pour permettre leur multiplication. Par conséquent, il y a épuisement des dislocations et une déformation élastique se produit jusqu'à ce que la contrainte augmente pour activer la source. Ceci se traduit, selon Greer et al. par une série de déformations plastiques entrecoupées de déformations élastiques. Pour corroborer cette approche, Greer et al.[50] ont effectué des photographies des micro-cylindres de nickel monocristallin plastiquement déformés par microscope électronique à transmission (TEM). Elles ne montrent aucune présence de dislocations mobiles, ce qui prouve selon les auteurs que les dislocations s'échappent du micro-cylindre lors de la compression. Ngan [52] a également confirmé la faible présence de dislocations après compression en calculant la densité de dislocations avant et après une déformation de 4% d'un micro-cylindre d'aluminium monocristallin de  $6,3\mu m$  de diamètre.

Par ailleurs, les travaux de Ngan [52] montrent que la dispersion, le nombre et l'amplitude des propagations brutales des dislocations augmentent avec la contrainte. La conséquence des propagations brutales des dislocations est visible par la présence de bandes de glissement le long de la paroi des micro-cylindres. La figure 2.7 montre des photographies MEB d'un micro-cylindre de  $5\mu m$  de diamètre avant compression et un micro-cylindre de  $10\mu m$  de diamètre après une déformation de 10%. Les bandes de glissement sont nettement visibles sur le micro-cylindre déformé. Cependant, malgré la pertinence du modèle de "dislocation starvation" de Greer et

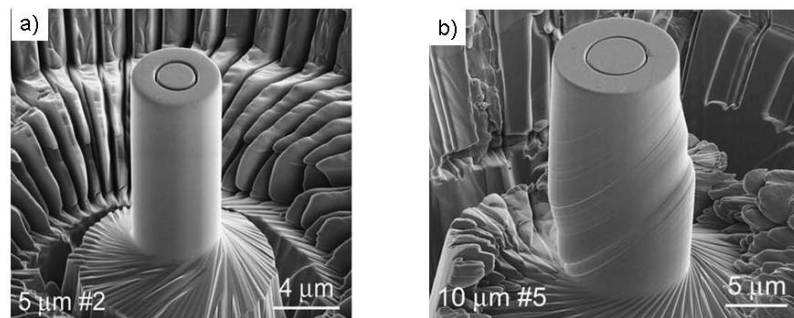


FIG. 2.7 – a) Micro-cylindre de nickel monocristallin de  $5\mu m$  de diamètre avant compression et b) micro-cylindre de nickel monocristallin de  $10\mu m$  de diamètre après compression [53]

al., d'autres études sont nécessaires pour compléter l'analyse de l'effet de taille sur

la déformation plastique.

Un autre résultat important qui peut être relevé concerne l'effet du diamètre des micro-cylindres sur la limite d'élasticité. Des études montrent que la limite d'élasticité  $\sigma_y$  est inversement proportionnelle au diamètre  $d$  des micro-cylindres [53][48][52]. La relation entre ces deux paramètres s'écrit :

$$\sigma_y = \propto d^n \quad (2.4)$$

où la valeur du coefficient  $n$  varie entre -0,6 à -0,9. L'évolution de la limite d'élasticité en fonction du diamètre des micro-cylindres est visible sur la figure 2.8. Elle est tracée à 3 et 10% [48] puisqu'il n'existe pas règle précise concernant la contrainte correspondant à la limite d'élasticité contrairement au cas des matériaux massifs où la valeur conventionnelle de 0,2% de la déformation est prise. L'augmentation de

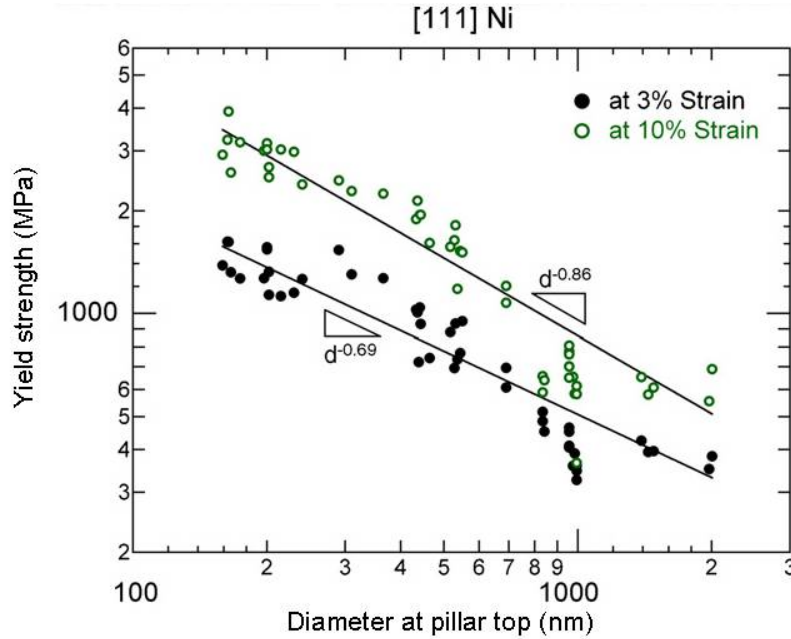


FIG. 2.8 – Evolution de la limite d'élasticité à 3 et 10% de déformation en fonction du diamètre de micro-cylindres [48]

la limite d'élasticité aux faibles diamètres peut être expliquée par un phénomène d'écrouissage qui augmente lorsque le diamètre diminue [48].

### 2.2.3 Erreurs expérimentales

Certains paramètres liés aux conditions expérimentales peuvent affecter la qualité des résultats. D'abord, nous pouvons souvent noter un léger désalignement c'est à dire une absence de perpendicularité parfaite entre l'axe de symétrie de la pointe d'indentation et la surface supérieure du micro-cylindre. Ce phénomène provoque une diminution de la raideur de contact par rapport à la valeur escomptée. Cela a pour conséquence une sous-estimation du module de Young du micro-cylindre [55]. Un désalignement excessif peut entraîner, sous certaines conditions, le flambement du micro-cylindre [55]. Très souvent, une platine inclinable sur laquelle est collée la puce contenant le micro-cylindre est utilisée pour corriger le désalignement [47][56]. La difficulté relative au désalignement est rencontrée dans notre étude et la correction de celui-ci sera longuement évoquée plus loin. Ensuite, un autre problème est l'existence de frottement entre la pointe d'indentation et le micro-cylindre. Cela peut avoir comme conséquence une augmentation de la valeur de la limite d'élasticité  $\sigma_y$  [57]. Cependant, le frottement est utile dans certains cas pour éviter le flambement des micro-cylindres [55]. Enfin, une autre difficulté concerne la mesure réelle de la déformation du micro-cylindre. En effet, lors de la compression par nanoindentation, toutes les déformations sont mesurées y compris celle enregistrée dans le substrat à la base du micro-cylindre. Pour ne considérer que la déformation du micro-cylindre, il est nécessaire de soustraire la contribution du substrat. Pour cela, la solution de Sneddon est utilisée. Elle donne le déplacement  $h$  d'un demi-espace élastique sous l'effet d'une force  $F$  appliquée à une pointe d'indentation cylindrique infiniment rigide de diamètre  $d$  [17] :

$$h = \frac{1}{E_{eff}} \left( \frac{F}{d} \right) \quad (2.5)$$

En appliquant cette formule au cas d'un substrat se déformant de manière élastique sous l'effet d'un micro-cylindre en compression, il est possible d'extraire le déplacement réel  $h_r$  [55][57][48] :

$$h_r = h_{exp} - \frac{1}{E_{eff}} \left( \frac{F_{exp}}{d_b} \right) \quad (2.6)$$

où  $F_{exp}$  et  $h_{exp}$  représentent respectivement la force et le déplacement mesurés par nanoindentation et  $d_b$  le diamètre à la base du micro-cylindre.

## 2.3 Couplage mécanique-électrique

La mesure de résistance de contact impliquant la nanoindentation est très rarement étudiée. Cependant, deux cas de figure peuvent être rencontrés. Le premier concerne l'utilisation de la pointe d'indentation comme l'une des électrodes de contact, l'autre électrode étant une puce placée sous la colonne d'indentation [58][59]. Dans le deuxième cas, il s'agit d'utiliser la pointe d'indentation pour fermer et ouvrir les micro-commutateurs afin d'autoriser ou d'empêcher le passage du courant et la mesure de résistance de contact électrique [60][61]. Dans les deux types d'application, un appareillage électrique est associé à la nanoindentation pour mesurer la résistance électrique. Ainsi, il est possible de relier la résistance de contact électrique au comportement mécanique des structures testées.

### 2.3.1 Système pointe d'indentation/puce

Cette méthode permet d'évaluer la résistance électrique d'un contact entre deux corps conducteurs composés d'une part d'une pointe d'indentation et de d'autre part d'une puce constitué d'un système film métallique/substrat. Cela nécessite une modification de la pointe d'indentation qui doit non seulement assurer un bon contact mécanique mais aussi électrique. C'est pourquoi une pointe d'indentation de forme sphérique ou arrondie recouverte d'un film conducteur (en général de l'or) est utilisée. Cet exemple de contact est illustré sur la figure 2.9.

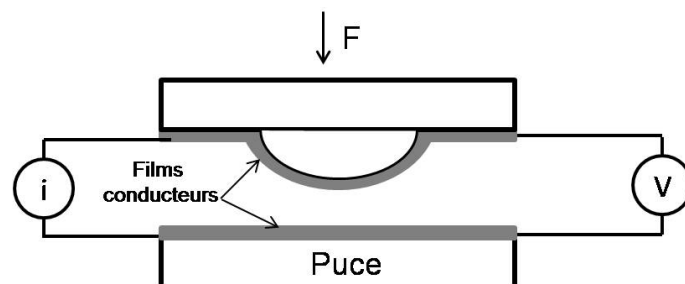


FIG. 2.9 – Schéma de principe du test mécanique-électrique du système pointe d'indentation/puce

Un cas pratique d'un résultat d'une étude de contact électrique entre une pointe d'indentation sphérique recouverte de 500nm d'or et un film de platine de 200nm d'épaisseur est présenté sur la figure 2.10 [58]. La force de contact est appliquée jusqu'à une valeur maximale de  $100\mu N$  et le courant imposé est de 3mA. La figure 2.10 représente l'évolution de la force d'indentation et de la résistance de contact



électrique en fonction du temps. La dépendance de la résistance de contact avec la force d'indentation est notoire. La résistance, infinie à force nulle donc avant contact, diminue lors des toutes premières secondes de contact pour se stabiliser à force maximale. Cette période qui dure jusqu'à l'annulation de la force est suivie d'une augmentation de la résistance vers l'infini dans une gamme de forces négatives. Les forces négatives proviennent, dans cet exemple, d'une fusion lors du contact. Cette

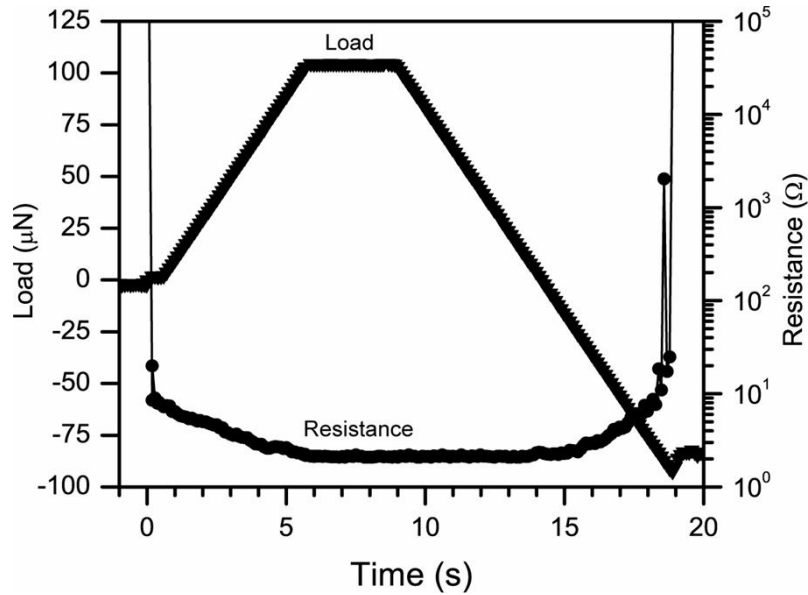


FIG. 2.10 – Evolution de la résistance de contact et de la force en fonction du temps [58]

méthode peut être étendue à d'autres applications en remplaçant la puce par des micro-objets voire des nano-objets comme les nanotubes de carbone [62]. Toutefois, la difficulté de cette méthode réside dans la préparation de la pointe d'indentation pour la rendre conductrice. Ce problème ne se pose pas dans le cas d'utilisation de la pointe d'indentation comme moyen de fermeture ou d'ouverture des micro-commutateurs.

### 2.3.2 Système pointe d'indentation/micro-commutateurs

Pour assurer la fonction qui leur est destinée, les micro-commutateurs doivent être fiables et performants tant du point de vue mécanique que électrique. Ces deux aspects peuvent être étudiés en utilisant la nanoindentation. Pour cela, la pointe d'indentation permet de fléchir la structure mobile (micro-poutre ou micro-pont) d'un micro-commutateur afin de fermer ou d'ouvrir le contact (voir figure 2.11).

Un exemple d'évolution de la raideur harmonique et de la résistance de contact en

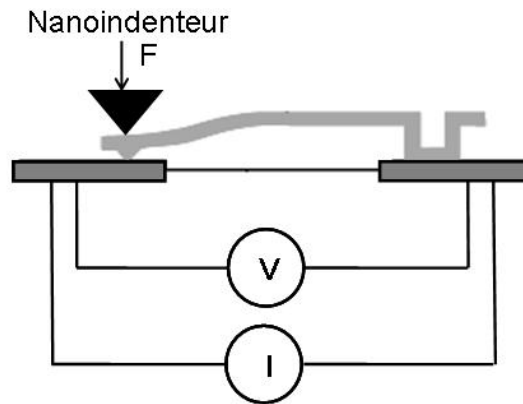


FIG. 2.11 – Schéma de principe du test mécanique-électrique du système pointe d'indentation/micro-poutre

fonction de la force est montrée à la figure 2.12. Les conditions expérimentales dans cet exemple sont : la force maximale  $F_{max} = 400\mu N$ , le courant  $i=1mA$  et la tension limite  $U_{comp} = 1V$  [60]. La figure 2.12 montre une hystérésis entre la charge

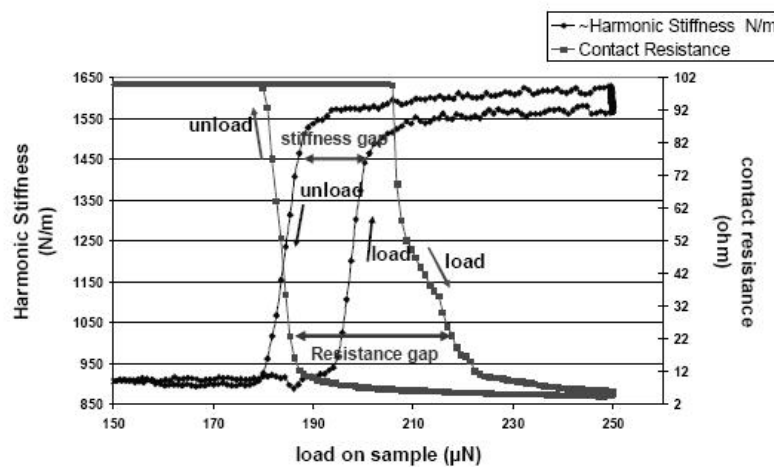


FIG. 2.12 – Evolution de la raideur harmonique et de la résistance de contact en fonction de la force [60]

et la décharge sur les deux courbes mécanique et électrique. La force correspondant à la fermeture du contact est supérieure à celle permettant son ouverture. Les auteurs de cette étude expliquent ce phénomène par la présence, entre les surfaces en contact, des forces attractives de type électrostatique et Van Der Waals. En outre, le contact électrique a lieu bien après le contact mécanique. Ce comportement trouve son explication dans l'analyse de l'interface de contact (voir chapitre 3 section 3.3.3).

## 2.4 Bilan

Grâce à ses performances exceptionnelles en termes de résolution, la nanoindentation est d'un grand apport pour la caractérisation de micro-objets. Elle permet d'extraire des propriétés mécaniques afin d'optimiser les performances des micro-objets. Pour cela, l'essai de flexion est largement utilisé pour déterminer le module de Young et la limite d'élasticité de micro-commutateurs. Le deuxième type d'essai concerne la compression uniaxiale de micro-cylindres, son principal intérêt réside dans l'étude de l'effet de taille sur les propriétés plastiques. A ce sujet, les études montrent que, d'une part, la limite d'élasticité augmente lorsque le diamètre des micro-cylindres diminue. D'autre part, les déformations plastiques enregistrées peuvent être expliquées par le modèle d'épuisement des dislocations ou de son terme anglais "dislocation starvation". Pour ce type d'essai très récent, d'autres études sont nécessaires avant d'aboutir à une analyse la plus exhaustive possible de l'effet de taille sur la déformation plastique. Cependant, pour obtenir des mesures fiables, une attention particulière mérite d'être portée sur la correction d'un éventuel désalignement et sur la déformation du substrat à la base du micro-cylindre. De plus, la nanoindentation permet de superposer aux comportements mécaniques les mesures de résistance de contact électrique. Cette possibilité élargit le domaine d'application de la nanoindentation des micro-objets. Toutefois, l'analyse des résultats du couplage mécanique-électrique requiert inéluctablement une compréhension de la nature du contact au niveau local et cela sur le plan mécanique et électrique. Les théories développées dans ces deux domaines sont d'une grande utilité. C'est l'objet du chapitre suivant.

# Chapitre 3

## Contacts mécanique et électrique

### 3.1 Généralités

Le contact électrique s'établit lorsque deux solides conducteurs sont pressés l'un contre l'autre avec une force suffisante pour provoquer le passage d'un courant [63]. Ce dernier a lieu à travers l'interface de contact entre les deux solides. Cette interface présente une structure complexe dépendant de la surface des solides. Donc l'analyse du phénomène de contact nécessite de comprendre la structure de l'interface de contact. Lors du contact entre deux solides conducteurs, le contact électrique ne s'effectue pas sur toute l'aire de contact apparente. Celle-ci renferme plusieurs îlots de contact mécanique à cause de la rugosité inévitable des surfaces. Les îlots de contact mécanique ne conduisent le courant électrique qu'en certains points ou spots ou encore passages de contact électrique du fait de l'éventuelle présence de film isolant à la surface des solides. La figure 3.1 représente schématiquement l'interface de contact électrique. Le nombre et la taille des passages de contact électrique dépendent de nombreux paramètres parmi lesquels peuvent être cités [63] :

- la force appliquée,
- la forme macroscopique des surfaces (planes, bombées,...) ;
- la forme microscopique des surfaces (rugosité) ;
- les propriétés mécaniques des matériaux (dureté, module de Young...).

Par conséquent, il est indispensable d'avoir recours à la théorie du contact mécanique dans l'analyse du contact électrique. Le but visé dans la première partie de ce chapitre est de définir les notions de contact mécanique. Ensuite, on consacrera la deuxième partie à la définition de la résistance de contact au moyen de modèles présentés dans la littérature. Enfin, la dernière partie concernera le phénomène d'échauffement des contacts dû au passage du courant.

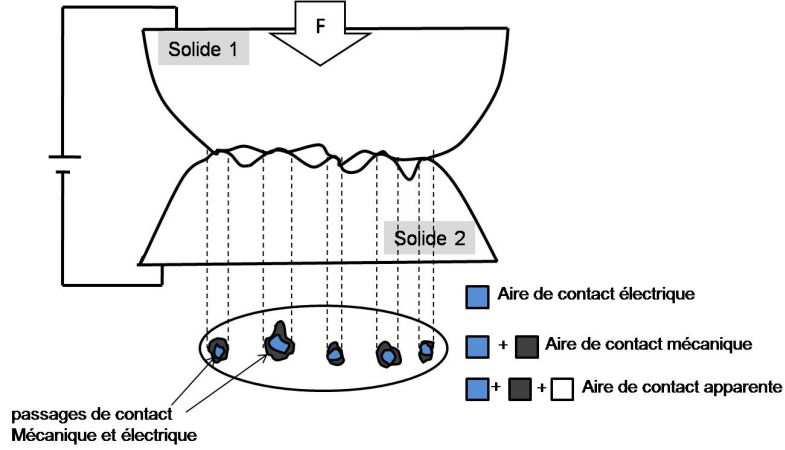


FIG. 3.1 – L'interface d'un contact électrique (Sphère/plan)

## 3.2 Contact mécanique

### 3.2.1 Déformation élastique

La déformation élastique des matériaux est décrite par différentes théories. Parmi ces théories, celle de Hertz [13] est la plus utilisée. Elle étudie le contact entre deux solides purement élastiques sphère/sphère ou sphère/plan. Pour le contact cylindre/plan comme c'est le cas dans cette étude, les modèles de K.L. Johnson [64] et de Jordan et al. [65] sont utilisés.

La théorie de Hertz est basée sur un certain nombre d'hypothèses :

- les matériaux sont supposés parfaitement élastiques, isotropes et homogènes,
- la force de contact est purement normale, les forces tangentielles en surface sont négligeables,
- les dimensions de l'aire de contact sont faibles devant les rayons de courbure des deux solides.

Ainsi, pour deux solides sphériques  $S_1$  et  $S_2$ , de modules de Young  $E_1$  et  $E_2$ , de coefficients de Poisson  $\nu_1$  et  $\nu_2$ , de rayons de courbure  $R_1$  et  $R_2$  et soumis à la force normale  $F_n$  (figure 3.2), le rayon  $a$  de l'aire de contact est donnée par :

$$a = \left( \frac{3R}{4E_{eff}} \right)^{1/3} F_n^{1/3} \quad (3.1)$$

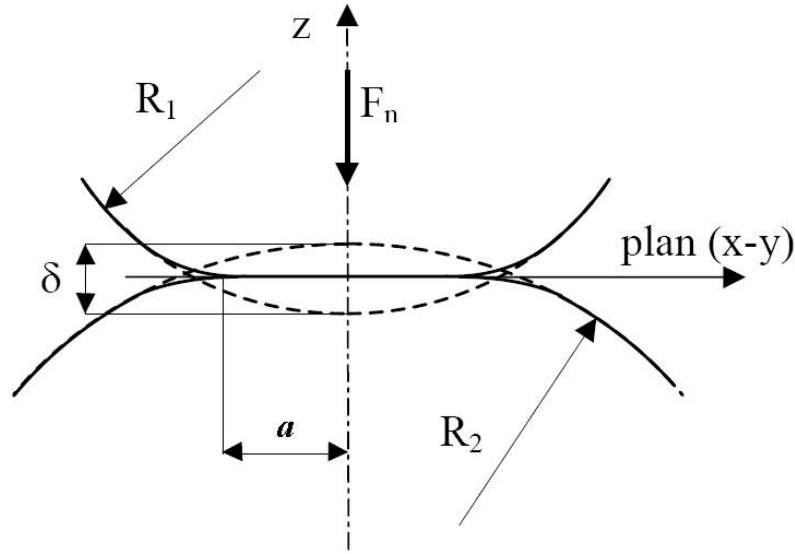


FIG. 3.2 – Géométrie du contact hertzien sphère/sphère

où  $R$  est le rayon de courbure équivalent :

$$\frac{1}{R} = \frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \quad (3.2)$$

( $R = R_1$  si le solide  $S_2$  est constitué d'un plan ( $R_2 \rightarrow \infty$ )). Le module effectif est déduit de la relation 1.3. L'expression 3.1 montre que l'aire de contact est proportionnelle à  $F^{2/3}$  et elle pourra être utilisée pour définir la valeur de la pression moyenne de contact  $\bar{p}$  :

$$\bar{p} = \frac{F_n}{\pi a^2} = \frac{2}{3} \left( \frac{6}{\pi^3} \frac{E_{eff}^2}{R^2} \right)^{1/3} F_n^{1/3} \quad (3.3)$$

La répartition de pression locale à une distance  $r$  du centre de l'aire de contact s'exprime de la façon suivante :

$$p(r) = p_0 \left( 1 - \left( \frac{r}{a} \right)^2 \right)^{1/2} \quad (3.4)$$

où  $p_0$  est la pression maximale mesurée au centre du disque de contact. Donc avec la théorie de Hertz, il est possible d'accéder entre autres aux dimensions de l'aire de contact, de la distribution de pression lors du contact sphère/sphère. Toutes ces caractéristiques dépendent de la force appliquée, de la géométrie des solides en contact et de leurs propriétés mécaniques.

K.L. Johnson [64] a étudié et donné des relations analytiques pour un contact entre un cylindre infiniment rigide de rayon  $a$  et un plan semi-infini élastique comme

l'illustre la figure 3.3. Autrement dit, tous les points de l'interface de contact ont un déplacement uniforme. K.L. Johnson montre que la répartition de la pression à

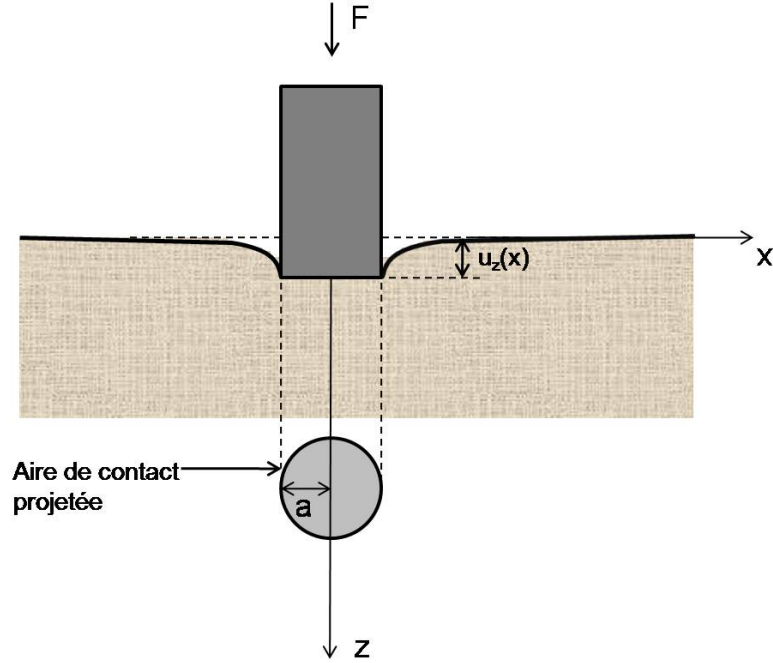


FIG. 3.3 – Contact cylindre/plan

l'interface cylindre/plan est donnée par l'expression suivante :

$$p(r) = p_0 \left( 1 - \left( \frac{r}{a} \right)^2 \right)^{-1/2} \quad (3.5)$$

Les autres relations de Johnson donnent la valeur du déplacement normal  $u_z$  de n'importe quel point de la surface plane :

- pour un déplacement d'un point situé à l'intérieur de l'aire de contact ( $r < a$ ) :

$$u_z = \frac{p_0 a}{E} \pi (1 - \nu^2) \quad (3.6)$$

- pour un déplacement d'un point situé à l'extérieur de l'aire de contact ( $r > a$ ) :

$$u_z = \frac{2(1 - \nu^2)}{E} p_0 a \sin^{-1} \left( \frac{a}{r} \right) \quad (3.7)$$

Puisque la géométrie de l'aire de contact des modèles de Hertz et de K.L. Johnson est identique et correspond à un disque, nous pouvons comparer les répartitions de

pression données par ces deux modèles. D'après les relations 3.4 et 3.5, sont tracées les courbes de répartition de la pression  $p(r)/p_0$  en fonction de  $r/a$  ( voir figure 3.4).

En analysant la figure 3.4, nous pouvons remarquer que la pression maximale pour

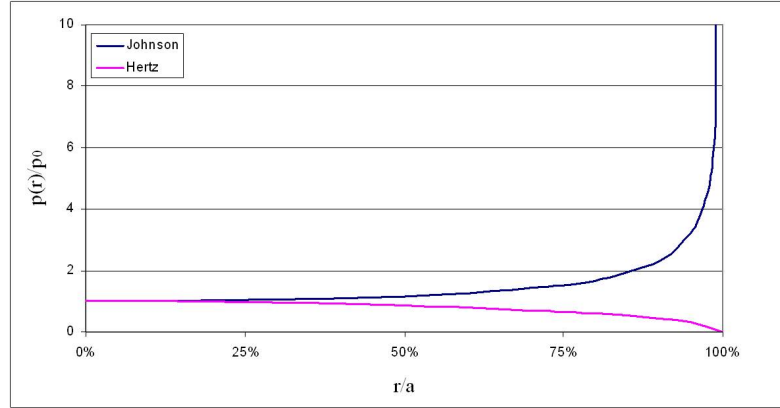


FIG. 3.4 – Comparaison sur une ligne de la répartition de pression de deux différents types de contact localisés

le contact de Hertz se situe au centre du disque de contact. En  $r=a$ , la pression de Hertz est nulle tandis que celle de K.L. Johnson est infinie. En sachant que les contraintes normales dans le matériau de surface plane sont égales aux pressions de contact, il est compréhensible qu'il soit plus aisé de briser une couche superficielle comme un oxyde natif avec un cylindre plutôt qu'un système à géométrie sphérique. Et cela, pour une aire de contact identique.

En réalité, le cylindre en contact n'est jamais parfaitement rigide, c'est pour cela qu'il est intéressant d'envisager le cas d'un contact entre un cylindre élastique et un plan élastique semi-infini. Pour ce cas de figure, il n'existe pas de modèle analytique exact. Cependant, nous avons développé une solution approchée issue des travaux de Jordan et al. [65] en adaptant son modèle de contact en contraintes planes au cas axisymétrique correspondant au contact cylindre/plan (voir annexe 3). Dans ce cas, la distribution de pression à l'interface cylindre/plan est donnée par :

$$p(r) = F_n \frac{(1 - \lambda)}{\pi a^{2(1-\lambda)} (a^2 - r^2)^\lambda} \quad (3.8)$$

avec  $\lambda$  une constante pouvant être déterminée à partir de l'équation suivante :

$$\tan [\pi (1 - \lambda)] \sin [\pi (1 - \lambda)] + e \{1 - \cos [\pi (1 - \lambda)] - 2 (1 - \lambda)^2\} = 0 \quad (3.9)$$



où  $e$  est le rapport des modules de Young du cylindre et du plan. Le paramètre  $\lambda$  varie entre 0 et 1/2.

### 3.2.2 Déformation plastique

La théorie qui vient d'être exposée reste valable tant que la pression moyenne de contact reste partout inférieure à la limite d'élasticité  $\sigma_y$  du matériau dont la dureté est la plus faible. Selon Johnson [64] l'expression de la force  $F_y$  au dessus de laquelle commence le régime élastoplastique, pour un contact sphère/plan, peut être déterminée par :

$$F_y = 21 \frac{R^2 \sigma_y^3}{E_{eff}^3} \quad (3.10)$$

D'après ce modèle, le régime plastique commence à se manifester lorsque  $F_n$  atteint des valeurs de l'ordre de  $5F_y$ . En régime parfaitement plastique, l'aire de contact ne dépend plus que de la force  $F_n$  et de la dureté  $H$  de contact (ou dureté de Meyer). Le rayon de l'aire de contact s'écrit alors :

$$a = \left( \frac{F_n}{\pi \xi H} \right)^{1/2} \quad (3.11)$$

où  $\xi$  est un facteur empirique qui tient compte de l'incertitude sur la dureté réelle. Il est généralement compris entre 0,3 et 0,7.

## 3.3 Résistance de contact électrique

Comme pour l'aspect mécanique du contact, l'étude du contact électrique est nécessairement traitée à l'aide de modèles partiels qui peuvent être classés en deux groupes : le modèle à un passage et celui à plusieurs passages.

### 3.3.1 Résistance de contact : modèle à un seul passage

Dans ce modèle, l'aire de contact entre les deux solides semi-infinis est constituée d'un seul disque de rayon  $a$ . Différents régimes de transport peuvent se présenter suite à la comparaison entre le libre parcours moyen  $\ell$  des électrons et le rayon de

contact a. Le rapport  $\frac{\ell}{a}$  est noté  $K$  (nombre de Knudsen). Si  $K \ll 1$ , le régime est ohmique et si  $K \gg 1$ , le régime est balistique.

### 3.3.1.1 Régime ohmique : modèle de Maxwell ( $K \ll 1$ )

L'expression de la résistance de contact dans le cas d'un seul contact a été définie par Maxwell à partir de la loi d'Ohm [66] :

$$R_M = \frac{\rho}{2a} \quad (3.12)$$

où  $\rho$  représente la résistivité du matériau de contact. Dans le cas d'un contact constitué de deux matériaux de résistivités  $\rho_1$  et  $\rho_2$ , la résistivité  $\rho$  équivalente est choisie :  $\rho = \left(\frac{\rho_1 + \rho_2}{2}\right)$ .

L'équation 3.12 suffit pour expliquer la diminution de la résistance quand la force de contact augmente (voir chapitre 2 section 2.3.1). En effet, l'expression 3.1 montre que lorsque la force  $F_n$  croît, cela entraîne une augmentation du rayon de contact  $a$  et donc une diminution de la résistance de contact d'après 3.12.

### 3.3.1.2 Régime balistique : modèle de Sharvin ( $K \gg 1$ )

Dans ce cas, la notion de lignes de courant n'a plus de sens, chacun des conducteurs est considéré comme un réservoir d'électrons et la résistance de contact est proportionnelle à l'aire du disque de contact [67] :

$$R_S = \frac{4\rho\ell}{3\pi a^2} \quad (3.13)$$

### 3.3.1.3 Régime intermédiaire ( $K \sim 1$ )

Dans le cas où  $\ell$  et  $a$  sont du même ordre, aucune des deux approches précédentes n'est satisfaisante. Wexler [68] donne l'expression de la résistance de contact comme étant une combinaison des deux régimes ohmique et balistique :

$$R_W = \gamma(K) \frac{\rho}{2a} + \frac{4\rho\ell}{3\pi a^2} \quad (3.14)$$

où  $\gamma(K)$  est une fonction qui décroît entre 1 et 0,6 lorsque  $K$  augmente (figure 3.5).

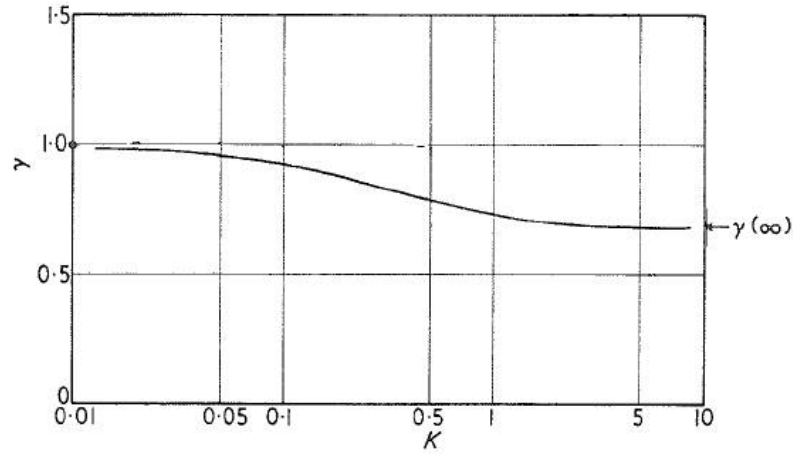


FIG. 3.5 – Evolution de  $\gamma$  avec le nombre de Knudsen [68]

Afin d'avoir une idée de l'ordre de grandeur des valeurs de résistance, les valeurs de  $R_M$ ,  $R_S$  et  $R_W$  sont portées dans le tableau 3.1 pour trois des meilleurs matériaux conducteurs (l'argent, le cuivre et l'or).

Matériaux	$\rho$ ( $10^{-8}\Omega m$ )	$\ell$ (nm)	$R_M(\Omega)$ $a \sim 1\mu m$	$R_S(\Omega)$ $a \sim 1nm$	$R_W(\Omega)$ $a \sim \ell \cdot \lambda(K) = 1$
Argent	1,59	53	0,008	357,653	0,277
Cuivre	1,67	39	0,008	276,42	0,396
Or	2,35	36	0,012	359,054	0,603

TAB. 3.1 – Calcul de résistances selon les régimes de Maxwell, Sharvin et Wexler pour l'argent, le cuivre et l'or

Les valeurs du rayon de contact  $a$  sont arbitrairement choisies égales à  $1\mu m$  pour le régime de Maxwell et à  $1nm$  pour celui de Sharvin.

### 3.3.2 Résistance de contact : modèle à plusieurs passages

Dans la réalité, la circulation du courant électrique s'effectue à travers plusieurs passages, la démarche la plus simple consiste à additionner les conductances  $1/R_p$  des différents passages pour donner la conductance  $1/R_e$  de l'ensemble :

$$\frac{1}{R_e} = \sum_p \frac{1}{R_p} \quad (3.15)$$

Dans le cas du régime ohmique, l'expression 3.15 est valable si les différents passages sont suffisamment petits et éloignés les uns des autres pour ne pas interagir. Lorsque cette condition n'est pas respectée, des solutions approchées demeurent nécessaires pour calculer la résistance.

### 3.3.2.1 Solution de Holm

Pour  $n$  passages discoïdes identiques de rayon  $a$ , uniformément répartis dans un disque de rayon  $R$  (figure 3.7-a), la résistance de contact est [66] :

$$R_H = \rho \left( \frac{1}{2na} + \frac{1}{2R} \right) \quad (3.16)$$

Elle correspond à la mise en série de  $n$  résistances élémentaires  $\rho/2a$  en parallèle avec une résistance d'interaction  $\rho/2R$ . L'évolution de ces trois résistances en fonction du nombre de passage est visible sur la courbe 3.6.

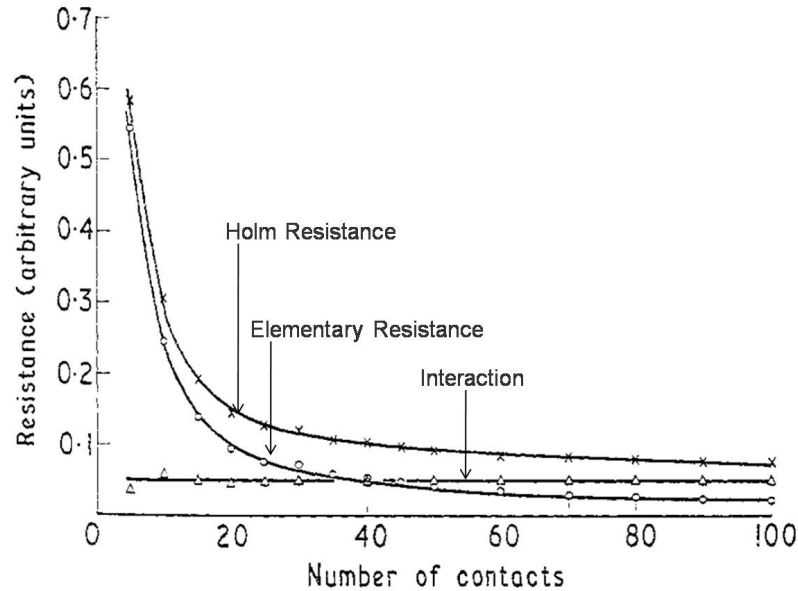


FIG. 3.6 – Variation des résistances selon Holm en fonction du nombre de passages [69]

### 3.3.2.2 Solution de Greenwood

Contrairement à la solution approchée de Holm, celle de Greenwood est basée sur une répartition aléatoire des discoïdes et une variabilité de leur taille (figure 3.7-b) [70]. L'expression de la résistance selon Greenwood est la suivante :

$$R_{G1} = \frac{\rho}{2 \sum a_i} + \frac{\rho}{\pi} \frac{\sum_{i \neq j} \sum \frac{a_i a_j}{d_{ij}}}{\sum a_i^2} \quad (3.17)$$

Avec :

- $a_i$  : rayon du spot de contact  $i$
- $d_{ij}$  : distance entre les centres des passages  $i$  et  $j$

En supposant qu'il n'y a pas de corrélation entre le rayon d'un passage et sa position, les  $a_i$  peuvent être remplacés, en première approximation, par leur moyenne  $a_{moy}$  :

$$R_{G2} = \frac{\rho}{2na_{moy}} + \frac{\rho}{\pi} \frac{\sum_{i \neq j} \sum \frac{a_i a_j}{d_{ij}}}{\sum a_i^2} \quad (3.18)$$

Apparaît une nouvelle fois dans la relation 3.18 la mise en série des résistances élémentaires avec une résistance d'interaction.

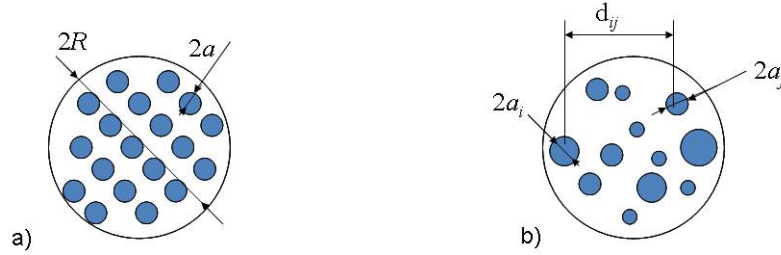


FIG. 3.7 – Modèle à plusieurs passages a) répartition uniforme des passages, b) cas général

### 3.3.3 Contact électrique : Résistance de film

Les aspérités présentes sur les surfaces de contact sont en général recouvertes de couches superficielles. Ces couches peuvent avoir différentes origines. Parmi lesquelles, peut être citée l'adsorption d'espèces présentes dans l'atmosphère et de leur éventuelle réaction avec la surface des solides. Si l'on prend le cas de films d'oxyde,

ils peuvent être, suivant leur nature, isolants ou semi-conducteurs. Le mécanisme par lequel ces films sont franchis par les électrons est l'effet tunnel. Pour tenir compte du film d'oxyde, sa résistivité superficielle d'effet tunnel  $\sigma_0$  est définie et elle s'exprime en  $\Omega.m^2$ . Elle dépend de la nature de l'oxyde et de son épaisseur. Dans le cas de  $n$  passages discoïdes de rayon  $a$ , la résistance due au film d'oxyde s'écrit :

$$R_i = \frac{\sigma_0}{n\pi a^2} \quad (3.19)$$

Dans le cas d'oxyde natif d'aluminium d'épaisseur égale à environ  $4nm$ ,  $\sigma_0$  est estimée entre  $7.10^{-11}$  et  $10^{-9}\Omega.m^2$  [63]. L'expression globale de la résistance de contact  $R_c$  est la somme de la résistance telle qu'elle est donnée par Holm ou Greenwood et de la résistance de film. En choisissant la formulation de Holm, dans le cas où  $\ell \ll a$ , il est possible d'obtenir la relation suivante :

$$R_c = R_H + R_i = \frac{\rho}{2na} + \frac{\rho}{2R} + \frac{\sigma_0}{n\pi a^2} \quad (3.20)$$

Donc la présence de films d'oxyde ajoute une résistance supplémentaire à la résistance obtenue dans le cas idéal. C'est cette résistance de film qui explique que le contact électrique ne s'établit pas simultanément au contact mécanique mais pour une force d'appui plus importante (voir chapitre 2 section 2.3.2).

Une formulation empirique de la résistance de contact peut être proposée. Pour cela l'expression de  $n$  en fonction de  $F_n$  est utilisée. Elle est déduite d'études théoriques et expérimentales effectuées sur plusieurs métaux pour donner un ordre de grandeur du nombre de passages élémentaires [66] :

$$n \simeq 2F_n^{0,8} \quad (3.21)$$

Cette expression, combinée à la formule du rayon de contact  $a$  (équation 3.11) pour  $n$  passages, permet de réécrire 3.20 sous la forme :

$$R_c = \frac{\rho}{F_n^{0,9}} \sqrt{\frac{\pi\xi H}{8}} + \sigma_0 \frac{\xi H}{F_n} \quad (3.22)$$

Avec ce type d'approche, il est possible de passer d'une relation de la résistance de contact fonction de  $a$  et  $n$  à une relation dépendant de la force.

## 3.4 Echauffement des contacts

Un contact électrique s'échauffe par effet Joule lorsqu'il est parcouru par un courant. Si cet échauffement est très important au point de provoquer l'effondrement local des aspérités et l'augmentation des phénomènes d'oxydation, alors la résistance de contact peut croître rapidement jusqu'à destruction du contact. Pour prévenir ce cas de figure extrême, il est important de tenir compte des effets thermiques dans les contacts électriques.

### 3.4.1 Relation de Kohlrausch

La relation de Kohlrausch est basée sur une hypothèse qui veut que les surfaces d'entrée et de sortie du courant soient à la fois surfaces équipotentielles et isothermes. Dans ces conditions d'équivalence des équipotentielles et des isothermes, Kohlrausch propose une relation qui lie la tension  $U$  aux bornes du contact à la température maximale  $T_m$  à l'interface de contact [71]. Si les deux matériaux en contact sont identiques, la relation fondamentale de Kohlrausch s'écrit :

$$U^2 = 2 \int_{T_0}^{T_m} \rho \lambda dT \quad (3.23)$$

où  $\rho$  et  $\lambda$  représentent respectivement la résistivité électrique et la conductivité thermique du matériau et  $T_0$  est la température de la surface d'extrémité considérée. Si  $\rho$  et  $\lambda$  varient peu entre  $T_0$  et  $T_m$ , la relation suivante peut être obtenue après intégration de l'expression 3.23 :

$$U^2 = 2\rho\lambda(T_m - T_0) \quad (3.24)$$

Dans le cas d'un contact symétrique, en appelant  $U$  la tension aux bornes du contact (figure 3.8), la tension entre  $T_0$  et  $T_m$  est en fait  $\Delta U/2$ .

Dans ces conditions la relation pratique de Kohlrausch s'écrit :

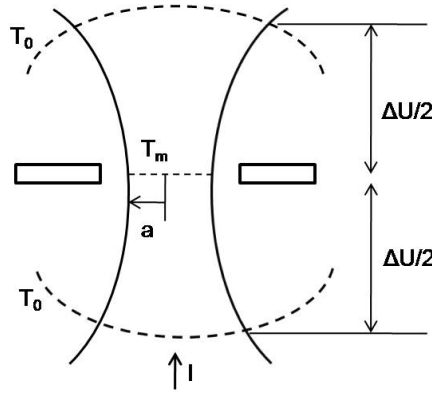


FIG. 3.8 – Tension aux bornes d'un contact élémentaire parcouru par un courant  $I$  [63]

$$(\Delta U)^2 = 8\rho\lambda(T_m - T_0) \quad (3.25)$$

Cette expression montre que la relation entre la tension de contact et la température est indépendante de la géométrie des matériaux et de l'interface de contact.

### 3.4.2 Relation de Wiedemann-Franz : relation de Kohlrausch simplifiée

La relation de Wiedemann-Franz exprime que le rapport des deux conductivités, thermique et électrique  $\lambda/\sigma$ , autrement dit le produit  $\rho\lambda$  est en théorie indépendant de la nature du métal et évolue proportionnellement à la température [66] :

$$\rho\lambda = LT \quad (3.26)$$

formule où le coefficient  $L$ , appelé nombre de Lorenz vaut  $2,45 \cdot 10^{-8} (V^2 \cdot K^{-2})$ . En intégrant la relation de Kohlrausch sous sa forme élémentaire et en tenant compte de  $L$ , on obtient la relation suivante :

$$(\Delta U)^2 = 4L(T_m^2 - T_0^2) \quad (3.27)$$

Cette formule est utilisée en pratique pour évaluer la température de contact, à



condition que les points de mesure de tension et de température ne soient pas trop éloignés de la zone de contact. Elle permet également de définir les tensions de fusion et de vaporisation pour des températures de fusion  $T_f$  et de vaporisation  $T_v$  du métal concerné :

- la "tension de fusion" est :

$$(\Delta U_f)^2 = 4L (T_f^2 - T_0^2) \quad (3.28)$$

- la "tension de vaporisation" est :

$$(\Delta U_v)^2 = 4L (T_v^2 - T_0^2) \quad (3.29)$$

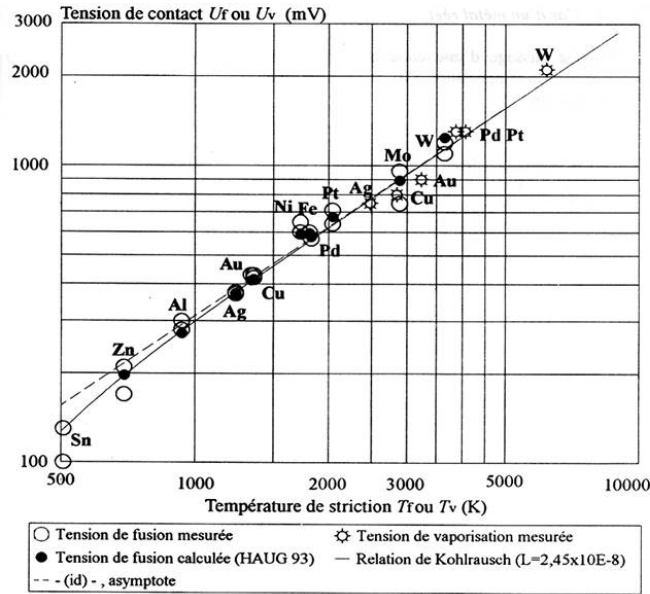


FIG. 3.9 – Tensions de fusion et de vaporisation de divers métaux [72]

La figure 3.9 donne des valeurs de  $U_f$  et de  $U_v$  selon divers travaux. En prenant l'exemple de l'aluminium, nous nous apercevons qu'une faible tension ( $\sim 180mV$ ) est suffisante pour provoquer la fusion du matériau et changer la morphologie du contact et par conséquent la résistance de contact.

## 3.5 Bilan

Ce chapitre a permis de présenter les éléments de la théorie du contact mécanique et électrique. La résistance de contact est la grandeur utilisée pour évaluer la qualité du contact. Examiner la résistance au niveau local n'est pas une chose aisée car elle est dépendante de la structure de l'interface de contact, de la géométrie du contact et des caractéristiques des matériaux utilisés. C'est en ce sens que l'analyse mécanique revêt un intérêt particulier dans la compréhension des phénomènes mis en jeu. En traitant le cas du contact lisse à un seul passage, des formules simples permettant de décrire le contact électrique ont pu être présentées. Mais, le modèle à plusieurs passages, recouverts de films d'oxyde, est plus probant. Les expressions qui ont été proposées pour ce modèle sont fonctions entre autres du nombre  $n$  de passages à l'interface et de leur interaction. Le nombre de passages, leur tailles et leur positions sont difficilement connus, si bien que le modèle à un seul passage reste très utilisé dans le cas pratique mais est peu réaliste.



# Conclusion

La nanoindentation est une technique de caractérisation mécanique des matériaux. Elle a été développée, dans un premier temps, pour les matériaux massifs. Les principales propriétés mécaniques mesurées grâce à cette technique demeurent la dureté et le module de Young. Pour cela, le modèle de Oliver et Pharr est largement utilisé. Toutefois, la nanoindentation connaît un succès notable dans l'étude des propriétés mécaniques des films minces grâce d'une part aux progrès réalisés en termes de résolution et d'autre part aux solutions complémentaires au modèle de Oliver et Pharr. En effet, ces solutions ont permis de dissocier les caractéristiques des films et des substrats qui les supportent. Parallèlement à cela, la nanoindentation est utilisée comme outil d'étude des micro-objets. Parmi ces études, peuvent être citées la flexion de micro-commutateurs et la compression uniaxiale de micro-cylindres. Cela a permis de mesurer de nombreuses propriétés mécaniques permettant d'améliorer la performance des microsystèmes. Associée à des appareils de mesures électriques, la nanoindentation permet d'effectuer des mesures de résistance de contact tout en les reliant aux comportements mécaniques. L'analyse du couplage mécanique-électrique est effectuée grâce à la théorie du contact mécanique et électrique.

Suite à cette étude bibliographique, nous pensons que l'utilisation de la nanoindentation, dans le domaine de la microélectronique, peut être élargie à des applications autres que la caractérisation de micro-commutateurs. Aussi, nous proposons d'étudier les aspects mécaniques et électriques de l'insertion de micro-cylindres de nickel dans l'aluminium représentatif d'un procédé d'interconnexion pour une application flip chip. Pour cela, la pointe d'indentation est remplacée par un micro-cylindre de nickel tandis que le "pad" de connexion, en aluminium, est placé en vis à vis sur le porte-échantillon. De ce fait, lors du contact entre le micro-cylindre et le "pad" de connexion, seuls les matériaux intervenant dans le procédé d'assemblage des composants sont concernés. La partie suivante de ce travail présentera les conditions expérimentales de ces essais d'insertion puis les résultats obtenus. Enfin, l'analyse des résultats sera effectuée dans les deux dernières parties.



Deuxième partie

MISE AU POINT DES ESSAIS  
MECANIQUES ET ELECTRIQUES



## Chapitre 4

# Echantillons et dispositif expérimental

L'hybridation par micro-insertion est un procédé d'interconnexion issu de la technologie flip chip. Il a été développé dans le but d'augmenter la densité d'intégration des composants [3][5]. L'assemblage de deux puces ou d'une puce et d'un substrat peut être réalisé au niveau des pads de connexion d'entrée-sortie des puces à l'aide de micro-cylindres de nickel appelés micro-inserts (figure 4.1). Des prototypes

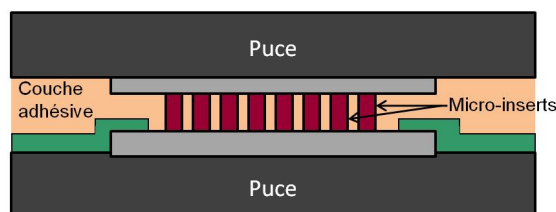


FIG. 4.1 – Assemblage de deux puces à l'aide de micro-inserts

fonctionnels semi-industriels ont été réalisés en assemblant deux puces en vis-à-vis par micro-insertion. Cependant, des études de fiabilité tant du point de vue mécanique qu'électrique sont encore nécessaires avant une industrialisation massive de cette méthode d'hybridation. C'est pour cela que des tests de micro-insertion d'un seul micro-insert dans un pad de connexion sont réalisés en modifiant la technique de nanoindentation. Ces essais doivent être le plus représentatif possible du procédé d'hybridation par micro-insertion tout en permettant d'analyser les propriétés du contact électrique. Les échantillons dont nous disposons sont représentatifs des micro-inserts de nickel et des pads de connexion généralement réalisés en aluminium. En premier lieu, ces échantillons seront présentés. Puis seront abordés les



différentes composantes et le mode de fonctionnement du nanoindenteur, l'appareil utilisé dans la technique de nanoindentation. Enfin, les développements apportés au nanoindenteur pour réaliser les tests de micro-insertion seront évoqués.

## 4.1 Echantillons utilisés

Tous les échantillons mis à notre disposition ont été fabriqués en collaboration avec le Laboratoire des Technologies du Packaging et de l'Intégration (LTPI) du LETI-CEA/Grenoble. Il s'agit de micro-inserts de nickel et de film d'aluminium, tous les deux déposés, à l'aide de différentes couches de matériaux, sur un substrat de silicium.

L'aluminium est le matériau qui est en général utilisé dans les pads de connexion. Cela est dû à sa bonne conductivité électrique estimée à  $37,7 \cdot 10^6 Sm^{-1}$  et à sa facilité de mise en œuvre par des techniques largement maîtrisées. Quant au micro-insert, il doit présenter une dureté largement supérieure à celle de l'aluminium afin de réussir le test de micro-insertion. La dureté du nickel massif (comprise entre 0,8GPa et 1,8GPa) [73] est environ quatre fois supérieure à celle de l'aluminium massif (comprise entre 0,18GPa et 0,4GPa) [73]. Concernant les caractéristiques électriques, le nickel a une conductivité électrique égale à  $14,6 \cdot 10^6 Sm^{-1}$ . Cette valeur est suffisante pour assurer un bon contact électrique même si elle est inférieure aux conductivités des meilleurs conducteurs comme l'or ( $45,7 \cdot 10^6 Sm^{-1}$ ) ou le cuivre ( $59,9 \cdot 10^6 Sm^{-1}$ ). En plus, le nickel permet la réalisation de micro-inserts tout en contrôlant leur forme et leurs dimensions avec des procédés à faible coût.

### 4.1.1 Les micro-inserts de nickel

Le nickel constituant les micro-inserts est déposé par électrodéposition. Nous disposons de micro-inserts ayant plusieurs diamètres, compris entre  $4\mu m$  et  $20\mu m$  et une hauteur de l'ordre de  $5\mu m$ . Donc dans notre cas, le facteur de forme est compris entre 0,25 et 1,25. La fabrication des micro-inserts fait intervenir comme nous allons le présenter plusieurs matériaux. Le processus de fabrication est montré dans la figure 4.2. Les micro-inserts de nickel sont réalisés sur les pads de connexion. Les pads de connexion sont constitués d'aluminium d'épaisseur  $1\mu m$  déposé par pulvérisation cathodique sur un substrat de silicium. Celui-ci est recouvert d'oxyde de silicium ( $SiO_2$ ) thermique de  $0,5\mu m$  d'épaisseur. Tout d'abord, une couche de croissance ("seed layer") en cuivre d'épaisseur égale à  $0,5\mu m$  est déposée par pulvérisation

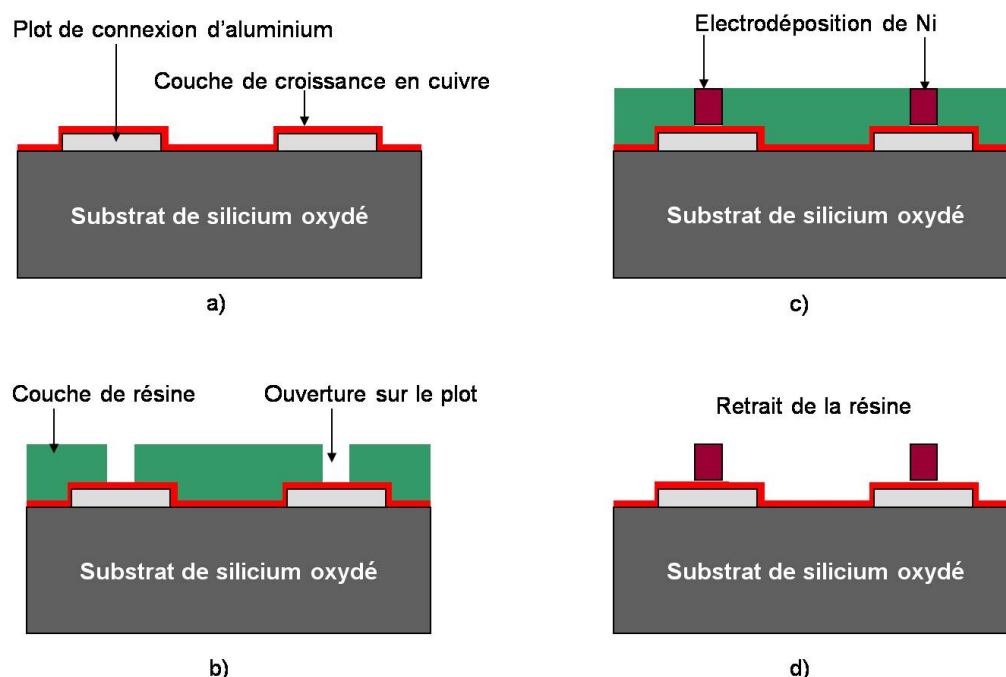


FIG. 4.2 – Processus de fabrication des micro-inserts

cathodique sur les pads de connexion d'aluminium (figure 4.2-a). Ensuite, des étapes de photolithographie sont effectuées permettant de créer des ouvertures cylindriques sur les pads de connexion (figure 4.2-b). L'électrodéposition du nickel directement sur le cuivre est ensuite réalisée (figure 4.2-c). Enfin, dans la dernière étape, est retirée la couche de résine par dissolution (figure 4.2-d) révélant ainsi les micro-insert de nickel. L'image obtenue par microscopie électronique à balayage de la figure 4.3-a montre une vue d'un micro-insert et la figure 4.3-b est une représentation schématique de l'empilement technologique de la puce du micro-insert de nickel de  $8\mu m$  de diamètre. L'échelle n'est pas respectée sur cette figure dans un souci de visibilité des différentes couches. La figure 4.3-a montre un micro-insert en bon état d'utilisation avec une forme cylindrique presque parfaite. Ce n'est pas le cas de tous les micro-inserts. Bon nombre d'entre eux présentent des défauts de géométrie d'origines diverses. D'abord, une surgravure de la paroi de la résine peut se produire durant la fabrication et cela provoque une ouverture plutôt sphérique. Le micro-insert qui en découle a logiquement une base élargie comme le montre la figure 4.4-a. Parallèlement à ce type de défaut de fabrication, peut être relevé un autre problème relatif à une insuffisance de dépôt de matière lors de l'électrodéposition. Cela produit des micro-inserts de faibles hauteurs inférieures à  $2\mu m$  (figure 4.4-b). Ce type de défaut est fréquemment rencontré dans la fabrication des micro-inserts

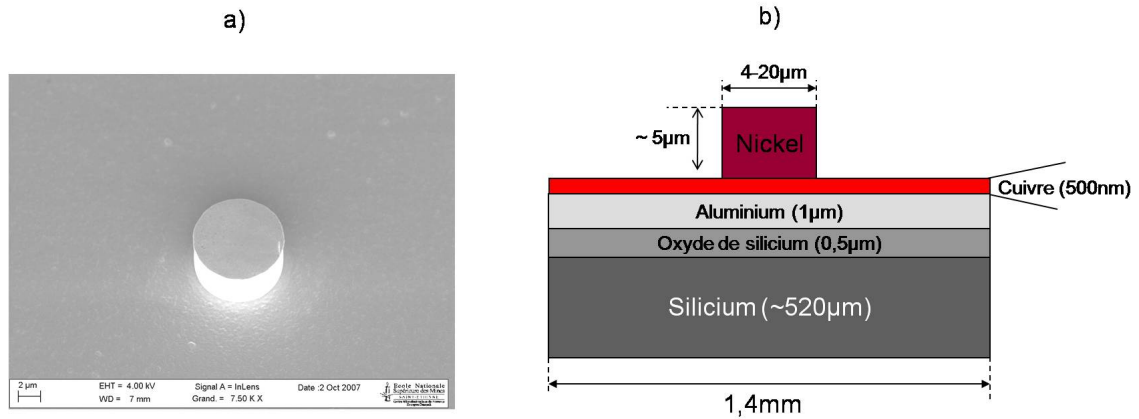


FIG. 4.3 – Micro-insert de nickel : a) Image MEB d'un micro-insert de  $8\mu m$  de diamètre avec une inclinaison de  $30^\circ$  et b) empilement technologique de la puce de micro-insert

de faibles diamètres c'est à dire inférieurs ou égaux à  $5\mu m$ . Par conséquent, un tri est

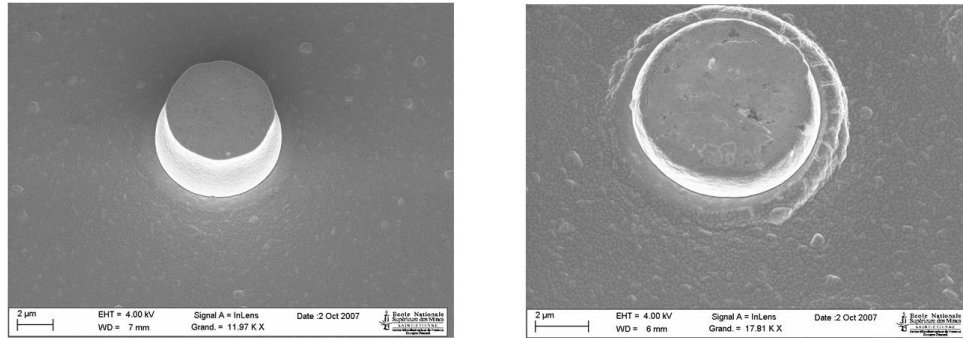


FIG. 4.4 – Défauts de fabrication de micro-inserts : a) base élargie (diamètre visé  $6\mu m$ ), b) faible hauteur (diamètre visé  $4\mu m$ )

nécessaire et tous les micro-inserts présentant ces types de défaut ne sont pas utilisés dans nos essais. Les échantillons que nous allons employer lors de cette étude sont des puces carrées de 1,4mm de côté, isolées par découpe d'un substrat pleine-plaque. Chaque puce comporte un micro-insert (figure 4.3-b). En plus de ces échantillons de micro-inserts, nous disposons de films d'aluminium déposé sur substrat de silicium.

#### 4.1.2 Film d'aluminium

Les pads de connexion des puces ont souvent la structure présentée dans la figure 4.5. Elle montre un pad de connexion en aluminium partiellement recouvert d'une

couche de passivation et l'ensemble est déposé sur un substrat de silicium. A la surface exposée du pad de connexion d'aluminium se forme généralement un film d'oxyde d'aluminium natif isolant d'une épaisseur de 4nm [63]. Pour réaliser les

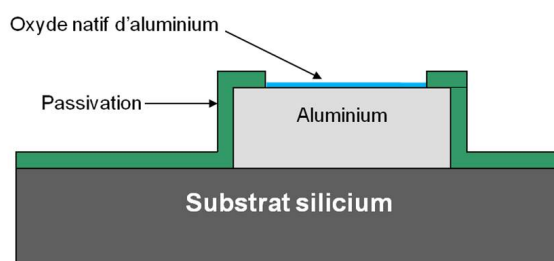


FIG. 4.5 – Vue en coupe d'un pad de connexion d'aluminium

échantillons représentatifs du pad de connexion présenté dans la figure 4.5, un film d'aluminium d'environ 450nm d'épaisseur a été déposé par pulvérisation cathodique sur un substrat de silicium pleine-plaque recouvert de différentes couches également déposées par pulvérisation cathodique. Ces couches sont, en partant du silicium, de l'oxyde de silicium ( $SiO_2$ ) thermique de 500nm d'épaisseur, une couche d'accroche de tungstène (W) d'épaisseur égale à 10nm et un film de nitrure de tungstène (WN) épais de 250nm. Le nitrure de tungstène est employé ici comme barrière de diffusion entre l'aluminium et le substrat de silicium oxydé lors d'éventuelles étapes de recuit thermique. Les échantillons de test sont obtenus après divers clivages permettant de disposer de plusieurs puces carrées de quelques centimètres de côté. Les différentes couches en présence sont schématisées sur la figure 4.6 (l'échelle n'est pas respectée sur cette figure).

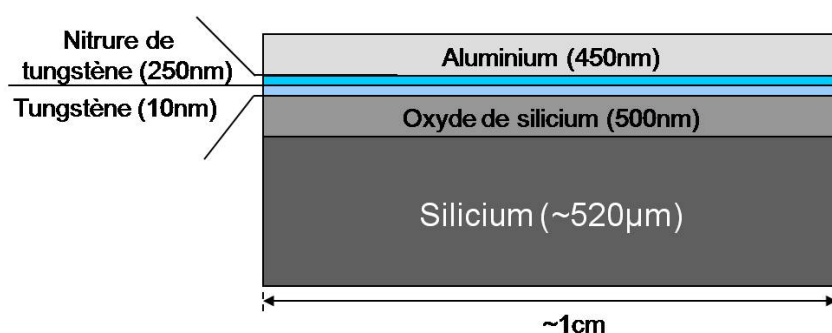


FIG. 4.6 – Empilement technologique de la puce d'aluminium représentative d'un pad de connexion

Dans la suite, sera appelée puce de micro-insert de nickel le bloc carré de 1,4mm de côté isolé comportant un micro-insert de nickel déposé sur le substrat de silicium

à l'aide des différentes couches d'accroche et de barrière de diffusion (figure 4.3-b). Et la puce d'aluminium désignera le bloc carré d'environ 1cm de côté contenant le film d'aluminium déposé sur le substrat de silicium à l'aide des couches d'accroche et de barrière de diffusion (figure 4.6).

Après avoir présenté les échantillons utilisés, nous allons expliquer comment la technique de nanoindentation est utilisée pour réaliser les essais de micro-insertion.

## 4.2 Dispositif expérimental

### 4.2.1 Présentation du nanoindenteur

Nos essais de micro-insertion de micro-insert de nickel dans le film d'aluminium sont réalisés avec un nanoindenteur XP dont le schéma de principe est présenté sur la figure 4.7. L'application de la force  $F$  est réalisée par l'intermédiaire d'une bobine insérée dans un aimant (1). Le passage d'un courant à l'intérieur de celle-ci induit une force électromagnétique qui est transmise à l'axe de la colonne (2) générant ainsi son déplacement. La pointe d'indentation est placée à l'extrémité inférieure de la colonne. Des lames ressorts (4) de faible raideur selon la direction verticale ( $\sim 100N/m$ ) assurent le maintien et le déplacement parfaitement vertical de la colonne. La mesure du déplacement de la colonne est réalisée à l'aide d'un capteur capacitif (5) composé de trois plaques parallèles soumises à un champ électrique. L'échantillon est disposé sur une platine motorisée (6) qui peut se déplacer entre un point A où sont choisis les sites d'essais sous un microscope (7) et un point B où sont réalisés les essais sous la colonne. La précision de positionnement des sites d'essai est de l'ordre de  $1,5\mu m$ . L'ensemble est monté sur un bâti (8) qui possède une rigidité très élevée ( $\sim 10^7N/m$ ). Le bâti est placé sur une table anti-vibratoire (9) elle-même mise à l'intérieur d'un caisson (10) afin d'isoler au maximum l'appareil des variations de température et de bruit sonore. Donc de ce qui précède, il est important de noter que la colonne est directement contrôlée en force et le contrôle en déplacement se fait indirectement à l'aide d'une boucle d'asservissement.

Le nanoindenteur est piloté par ordinateur à l'aide de protocoles de mesure contenus dans un logiciel. Celui-ci permet l'acquisition, le dépouillement et la présentation des résultats. Ce logiciel offre la possibilité de modifier les protocoles de mesure standards pour les adapter aux essais de micro-insertion.

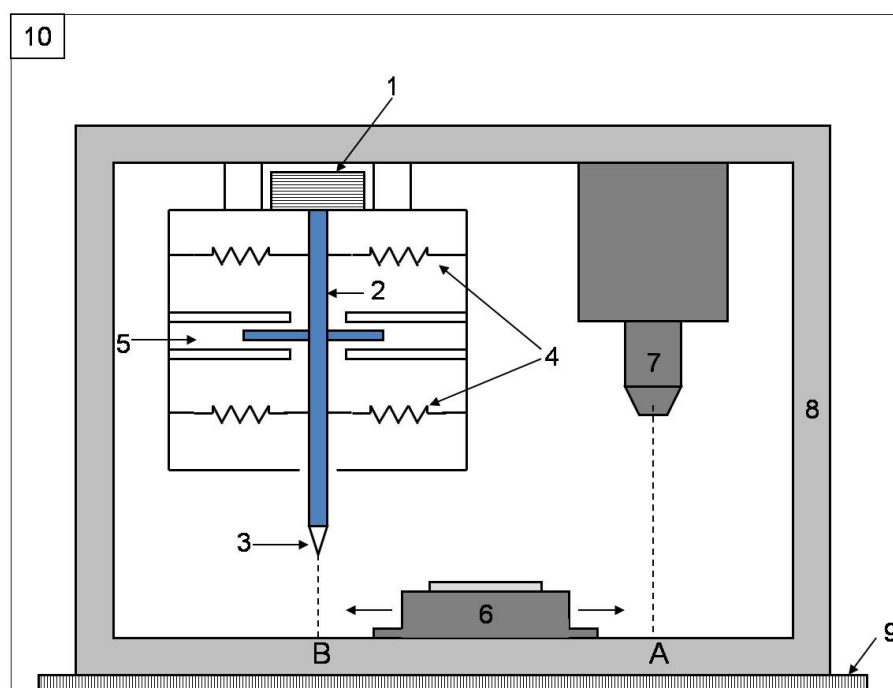


FIG. 4.7 – Schéma de principe du nanoindenteur

### 4.2.2 Modification du nanoindenteur pour l'essai de micro-insertion

Pour étudier les aspects mécaniques et électriques du contact élémentaire nickel-aluminium, nous avons remplacé la pointe d'indentation par la puce du micro-insert de nickel et nous avons placé la puce d'aluminium sur le porte-échantillon. Ce montage doit également procurer la possibilité d'injecter du courant à travers le contact. Ceci permet d'étudier le comportement mécanique du contact tout en mesurant sa résistance électrique. La figure 4.8 montre la configuration souhaitée pour réaliser les essais. Pour atteindre ces objectifs, deux modifications sont apportées au nanoindenteur.

La première modification apporte la possibilité de régler l'inclinaison de la puce d'aluminium par rapport à la platine standard utilisée en indentation. Pour cela, une platine inclinable a été fabriquée. C'est un bloc constitué d'un disque central comportant, en son centre, un réceptacle de porte-échantillon cylindrique. Le disque central peut être incliné de  $\pm 2^\circ$  au maximum par rapport à l'horizontale et cela dans les deux directions du plan grâce à deux vis micrométriques. La platine d'inclinaison est fournie avec un socle adaptateur pour l'insertion dans le support de platine du nanoindenteur. Les différentes composantes de la platine inclinables sont présentées

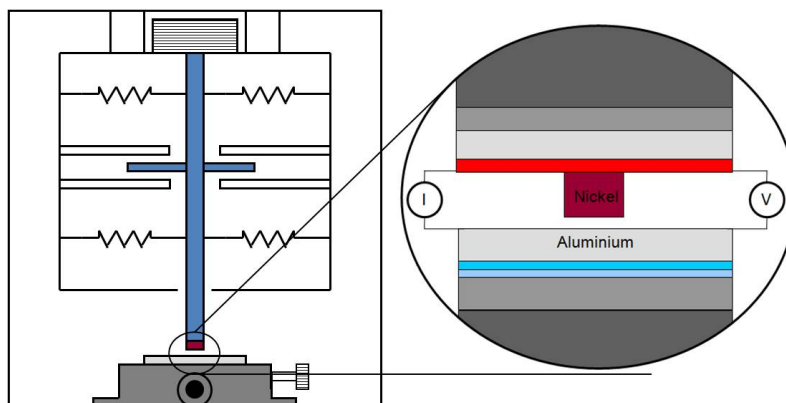


FIG. 4.8 – Schéma de principe de l'étude du contact élémentaire nickel-aluminium par nanoindentation

sur la figure 4.9. Pour les essais mécaniques, la puce d'aluminium est simplement

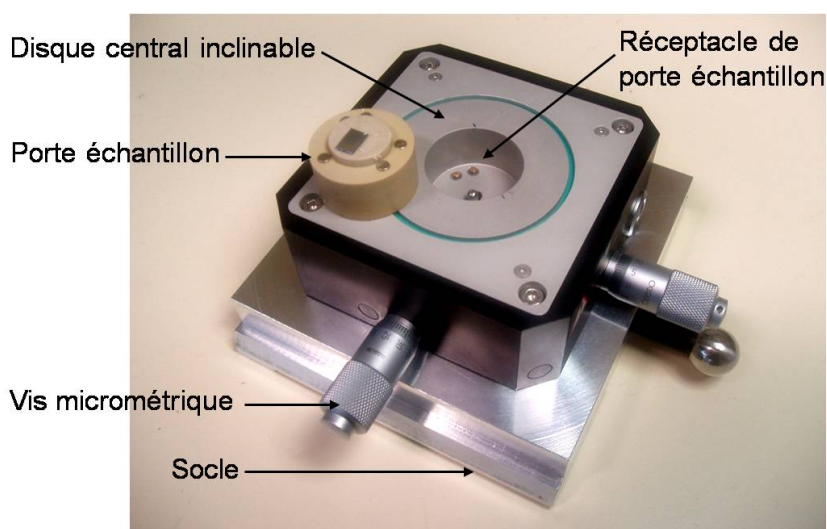


FIG. 4.9 – Platine inclinable

collée sur le porte-échantillon cylindrique et déposée dans le réceptacle.

La deuxième modification est la plus délicate et elle concerne le remplacement de la pointe d'indentation par une puce de micro-insert. Pour cela, un module de tête d'indentation a été également réalisé afin de tenir compte des spécificités de la colonne du nanoindenteur et de minimiser les risques d'endommagement. Il est constitué de deux sous-ensembles :

- Un support de puce de micro-insert :

Il est constitué d'un disque comprenant une zone centrale carrée de  $3 \times 3 \text{ mm}^2$  servant à accueillir les puces de micro-insert et de quatre pastilles en cuivre plaqué or.

Ces pastilles sont reliées à quatre boucles en fil de bronze plaqué pour les mesures

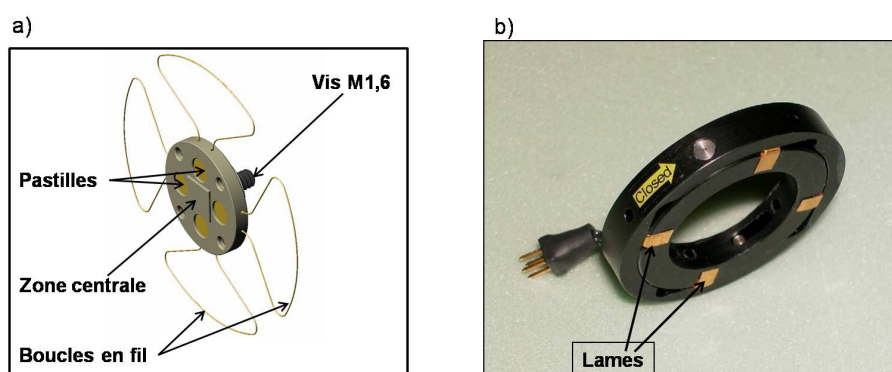


FIG. 4.10 – Module de tête d'indentation : a) Support de puce de micro-insert et b) connecteur annulaire

électriques. Le disque est solidaire d'une vis de filetage M1,6. L'extrémité inférieure de la colonne renferme un trou taraudé ce qui permet l'installation du support de puce de micro-insert à la place de la pointe d'indentation. La figure 4.10-a montre une image du support de puce de micro-insert. Au milieu de la zone centrale carrée est collée la puce de micro-insert.

– Un connecteur annulaire :

Il s'installe autour de la partie inférieure de la colonne d'indentation. Ce connecteur est composé de quatre lames de contact qui se referment sur les boucles du support de puce de micro-insert par rotation de la bague extérieure. La photographie du connecteur annulaire est visible sur la figure 4.10-b.

## 4.3 Opérations préliminaires

Après ces modifications effectuées sur le nanoindenteur, il est possible d'effectuer l'essai de micro-insertion nickel-aluminium à condition que le désalignement entre les surfaces du micro-insert et de la puce d'aluminium soit le plus faible possible. En considérant les dimensions de la puce du micro-insert et la hauteur de ce dernier et en supposant la puce d'aluminium parfaitement horizontale, il suffit d'un léger désalignement  $\beta$  d'environ  $0,4^\circ$  pour que la puce du micro-insert et la puce de l'aluminium soient en contact (voir figure 4.11). Par conséquent, une solution est utilisée pour assurer le seul contact entre le micro-insert et la puce d'aluminium. Il s'agit, dans un premier temps, de polir en biseau la puce de micro-insert, et dans un deuxième temps d'estimer et de corriger le désalignement de la puce d'aluminium.



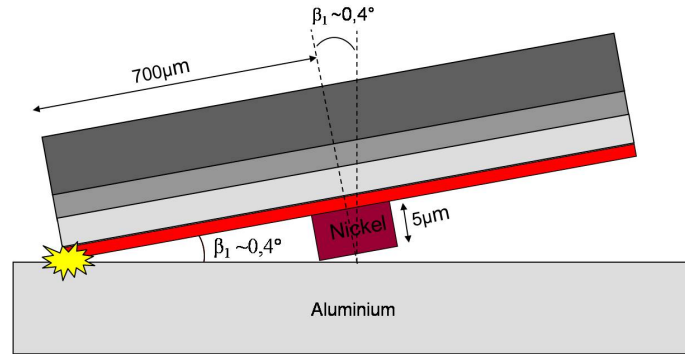


FIG. 4.11 – Contact entre puce micro-insert et puce aluminium pour un désalignement de  $0,4^\circ$

### 4.3.1 Estimation du désalignement et correction

Dans notre étude, deux cas de désalignement peuvent se présenter. Le premier cas concerne un désalignement de la puce d'aluminium collée sur le porte échantillon de la platine inclinable. Nous l'appellerons désalignement de type 1 d'angle  $\beta_1$  (voir figure 4.12-a). Dans le deuxième cas, l'axe de symétrie de la colonne n'est pas parallèle à l'axe de symétrie de la puce du micro-insert. Le terme de désalignement de type 2 d'angle  $\beta_2$  est employé (voir figure 4.12-b). Dans les deux types de désalignement, l'objectif sera de réduire au minimum les valeurs de  $\beta_i$  pour espérer obtenir le seul contact entre le micro-insert et la puce d'aluminium.

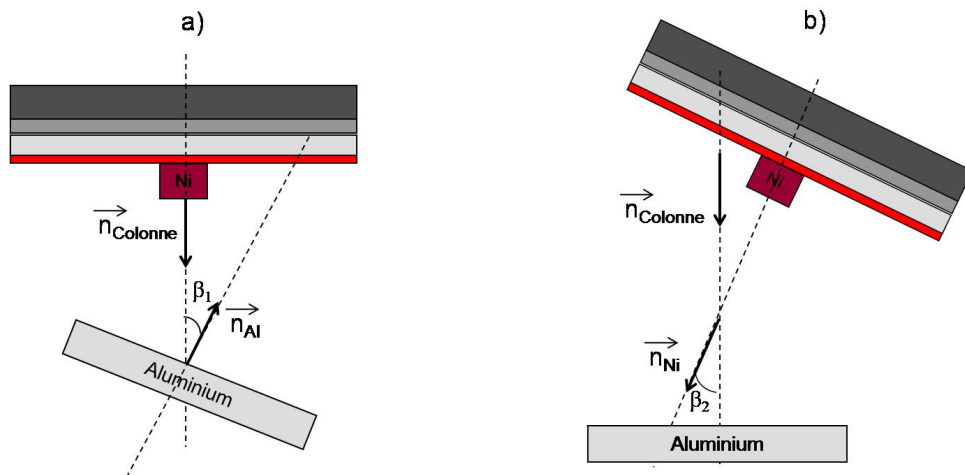


FIG. 4.12 – Représentation des différents types de désalignement : a) du côté de la puce d'aluminium et b) du côté de la puce de micro-insert

Le désalignement de type 1 trouve ses origines dans le collage de la puce d'alumi-

nium et le positionnement du porte-échantillon cylindrique dans le réceptacle de la platine inclinable. La procédure d'estimation du désalignement de type 1 est réalisée dans la configuration d'essai d'indentation classique. Deux séries d'indentation avec une pointe Berkovich sont réalisées sur la puce d'aluminium placée sur la platine inclinable comme illustré sur la figure 4.13 : une série parallèle à l'axe  $O_1x_1$  et une autre série parallèle à l'axe  $O_1y_1$ . Le repère cartésien du plan de la surface de l'aluminium est  $O_1x_1y_1$ . Nous considérons deux indents  $i$  et  $j$  suivant l'axe  $O_1y_1$  et nous notons  $d_{ij}$  la distance qui les sépare. Les altitudes auxquelles la pointe d'indentation touche la surface de l'aluminium avant indentation  $z_i$  et  $z_j$  sont estimées par le nanoindenteur. Connaissant toutes ces grandeurs, le désalignement de la surface de

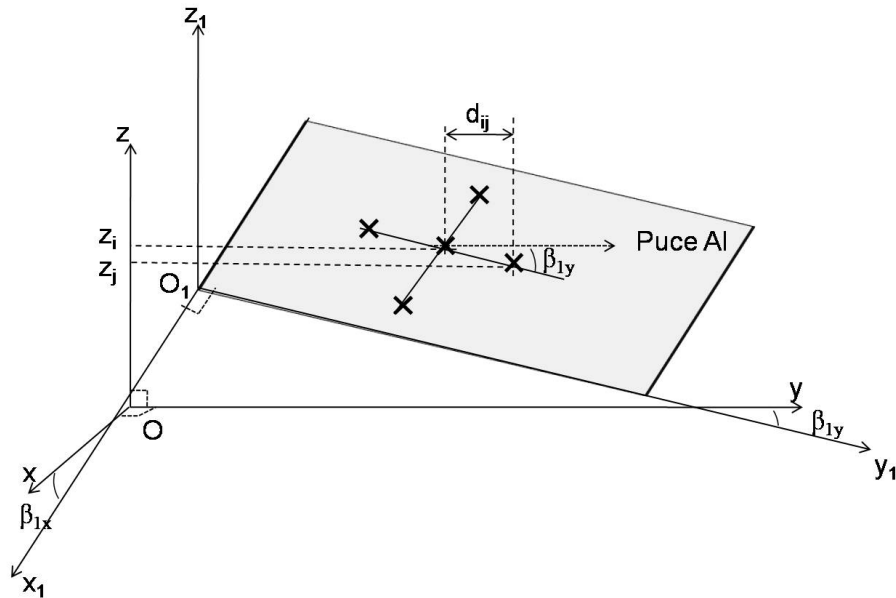


FIG. 4.13 – Estimation du désalignement dans les deux directions du plan horizontal

la puce d'aluminium suivant  $O_1y_1$  par rapport à l'axe  $Oy$  peut être défini par :

$$\beta_{1y} = \arctg \left( \frac{z_j - z_i}{d_{ij}} \right) \quad (4.1)$$

Le désalignement  $\beta_{1x}$  de la puce d'aluminium suivant  $O_1x_1$  par rapport à l'axe  $Ox$  peut être déterminé de la même manière. Pour minimiser les effets de rugosité sur l'estimation des altitudes des zones d'indentation, nous avons calculé  $\beta_{1x}$  et  $\beta_{1y}$  en faisant une moyenne de plusieurs indents. A partir des estimations des valeurs d'angle de désalignement, nous pouvons, si nécessaire, réduire au minimum le désalignement

grâce aux deux vis micrométriques. Pour tous nos essais, nous minimisons les deux angles de désalignement  $\beta_{1x}$  et  $\beta_{1y}$  jusqu'à atteindre une valeur inférieure à  $0,04^\circ$  pour chacun d'entre eux.

Du côté de la puce du micro-insert, le désalignement de type 2 est dû au serrage de la vis M1,6 et au collage de la puce sur la zone centrale du support de puce de micro-insert. La procédure d'estimation du désalignement de type 2 est calquée sur celle du désalignement de type 1. Seulement, la pointe d'indentation de type Berkovich est monté en inverse c'est-à-dire à la place de la puce d'aluminium tandis que la puce du micro-insert est collée sur le support de puce vissé à l'extrémité inférieure de la colonne. Dans cette configuration, le désalignement moyen  $\beta_2$  trouvé est systématiquement inférieur ou égal à  $1^\circ$ . Le désalignement de type 2 ne pourra pas être réduit expérimentalement.

Le désalignement de type 1 étant négligeable après correction, les essais seront donc réalisés avec un désalignement au maximum égal à  $1^\circ$ .

Nous avons déjà vu que le désalignement doit être inférieur à  $0,4^\circ$  pour éviter le contact entre les bords de puces du micro-insert et de l'aluminium. Comme nous ne pouvons pas expérimentalement compenser le désalignement de type 2, nous choisissons de réduire en biseau les dimensions de la puce du micro-insert par polissage.

### 4.3.2 Polissage

Le but du polissage est d'isoler le micro-insert en réduisant la distance qui le sépare des bords de la puce. Pour cela, nous disposons d'un "Tripod" pour le polissage. Le "Tripod" offre la possibilité d'avoir un polissage manuel de précision des puces de micro-inserts avec un angle de  $45^\circ$ . Après plusieurs essais, nous avons utilisé un disque de polissage en alumine de taille de grain de l'ordre de  $10\mu m$  ce qui permet d'obtenir un bon compromis entre le temps de polissage et la netteté des champs polis. Le temps de polissage d'une puce pour les essais mécaniques est estimé à trois quarts d'heures. Pour améliorer la netteté des bords après polissage, le disque d'alumine est déposé sur un plateau en verre. Pour éviter le contact entre les puces du micro-insert et de l'aluminium avec un désalignement de  $1^\circ$ , le bord de la puce du micro-insert doit être réduit à moins de  $286\mu m$  de celui-ci. Pour plus de prudence, les bords sont polis à une distance inférieure à  $150\mu m$  du micro-insert (figures 4.14-c-1 et 4.14-c-2). Les quatre bords des puces de micro-inserts sont successivement polis dans le cas des essais mécaniques (figure 4.14-b-1). Pour les essais électriques, seuls deux bords sont polis (figure 4.14-b-2) les deux autres sont laissés

en vue du câblage électrique (voir chapitre 6). Les puces de micro-inserts avaient été

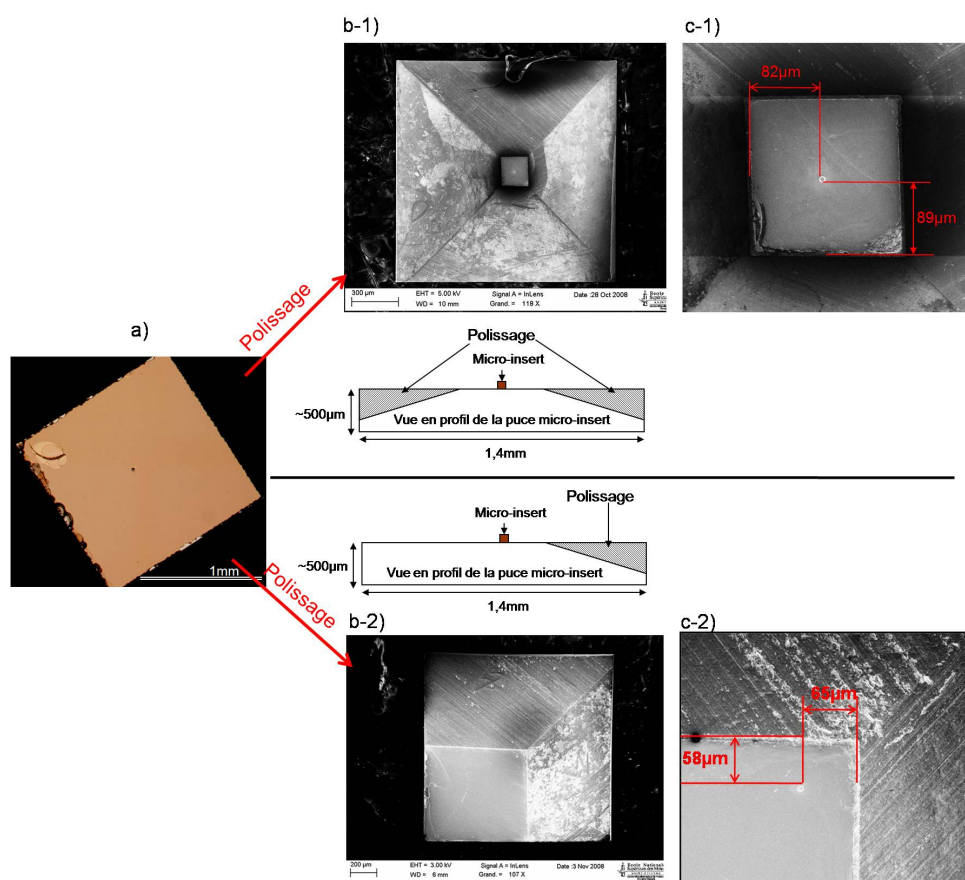


FIG. 4.14 – Images de la puce du micro-insert a) avant polissage, b) après polissage et c) zoom sur le micro-insert ( -1) pour essai mécanique, -2) pour essai électrique)

déjà recouvertes de résine pour protéger les micro-inserts lors de la découpe. Cette résine est maintenue sur les puces pour protéger les micro-insert durant les étapes de polissage.

## 4.4 Bilan

Les échantillons utilisés dans nos travaux et qui sont représentatifs des éléments utilisés dans le procédé d'interconnexion par micro-insertion sont des puces de micro-insert de nickel électrodéposé et des puces d'aluminium. Leur fabrication a nécessité l'utilisation de plusieurs couches dont il faudra tenir compte dans l'analyse des résultats. Les essais d'insertion sont effectués par nanoindentation en utilisant d'une part un module de tête qui sert à accueillir la puce de micro-insert et d'autre part une

platine inclinable. Ces modifications procurent à la technique de nanoindentation une double fonction : celle de mesurer les caractéristiques mécaniques du procédé de micro-insertion tout en mesurant la résistance de contact électrique. Toutefois, avant d'aborder les expériences dans ces deux domaines c'est-à-dire mécanique et électrique, il est nécessaire de préparer les échantillons par un polissage qui diffère selon le type d'essai. Ensuite, il faut compenser le désalignement de la puce d'aluminium et celui de la puce du micro-insert de nickel est au maximum égal à  $1^\circ$ .

## Chapitre 5

### Protocole d'essai mécanique

A partir des échantillons présentés précédemment et après leur préparation et leur mise en place, il est possible d'effectuer les essais mécaniques de micro-insertion nickel/aluminium. Pour cela, un protocole expérimental doit être défini puis validé par une analyse de la courbe force-déplacement appelée courbe de micro-insertion. Ce protocole expérimental est représentatif du protocole d'hybridation par micro-insertion (figure 5.1). L'hybridation de deux puces par micro-insertion est constituée

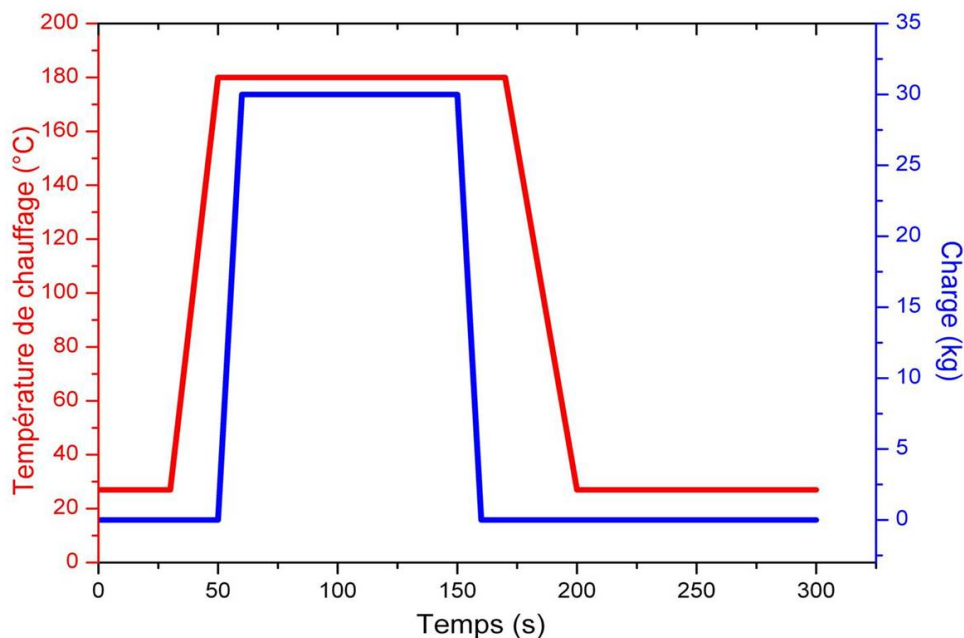


FIG. 5.1 – Cycle de charge et de chauffage lors de la thermo-compression

de trois étapes principales : un dépôt de polymère thermodurcissable sur la "puce-support" possédant les micro-inserts, le retournement et l'alignement de la puce à

hybrider et enfin l'étape de thermo-compression qui permet la mise en contact des puces et leur scellement par réticulation du polymère. Au cours de cette dernière étape, deux actions sont réalisées simultanément : l'application d'une charge (force) sur la puce et la "cuisson" (réticulation) du polymère par chauffage à 120°C. Pour l'application de la charge, les remarques importantes concernent le temps de charge rapide qui est de quelques secondes seulement et le temps de maintien de la force à sa valeur maximale au moins pendant 100s. Ces phases seront reprises dans le protocole expérimental des essais de micro-insertion. Par contre le chauffage n'est pas effectué lors des essais de micro-insertion car à haute température, les mesures de déplacement par nanoindentation sont instables lors des phases de maintien de plusieurs secondes.

## 5.1 Protocole expérimental

A l'aide du logiciel Testworks, il est possible de créer des méthodes d'essais. Elles sont constituées de différents segments définis chronologiquement pour manipuler le nanoindenteur. Un segment peut être, entre autres, une phase de charge, de décharge ou de maintien de la force ou du déplacement. Des valeurs de vitesse ou de temps d'exécution d'un segment peuvent être fixées. C'est ce logiciel que nous avons utilisé pour aboutir au protocole expérimental représentant l'évolution de la force en fonction du temps durant l'essai de micro-insertion comme le montre la figure 5.2. Pour mieux présenter toutes les étapes, l'échelle sur cette figure n'est pas respectée. Le protocole comprend 8 étapes :

- Etape n°1 : Phases d'approche

Leur rôle est la détection de la surface de la puce d'aluminium avec le micro-insert de nickel. La position initiale du micro-insert au point A correspond à la position au repos de la colonne soit à une altitude relative de  $-750\mu m$ . L'approche est réalisée en quatre segments allant du point A jusqu'au point B situé à la surface de la puce d'aluminium. Ils sont réalisés à vitesse décroissante avant le contact avec la surface de la puce d'aluminium. Du premier segment au quatrième, nous avons choisi respectivement les vitesses de déplacement de  $10\mu m/s$ ,  $2,5\mu m/s$ ,  $100nm/s$  et  $20nm/s$ . Les trois premiers segments sont chacun limités par une consigne en déplacement estimée connaissant l'altitude de la puce d'aluminium préalablement mesurée avec une pointe Berkovich et la position relative de cette dernière par rapport au micro-insert monté sur la colonne d'indentation. Ceci permet d'effectuer ces trois segments en étant sûr de ne pas toucher la puce d'aluminium avec le micro-insert. Puis la détec-

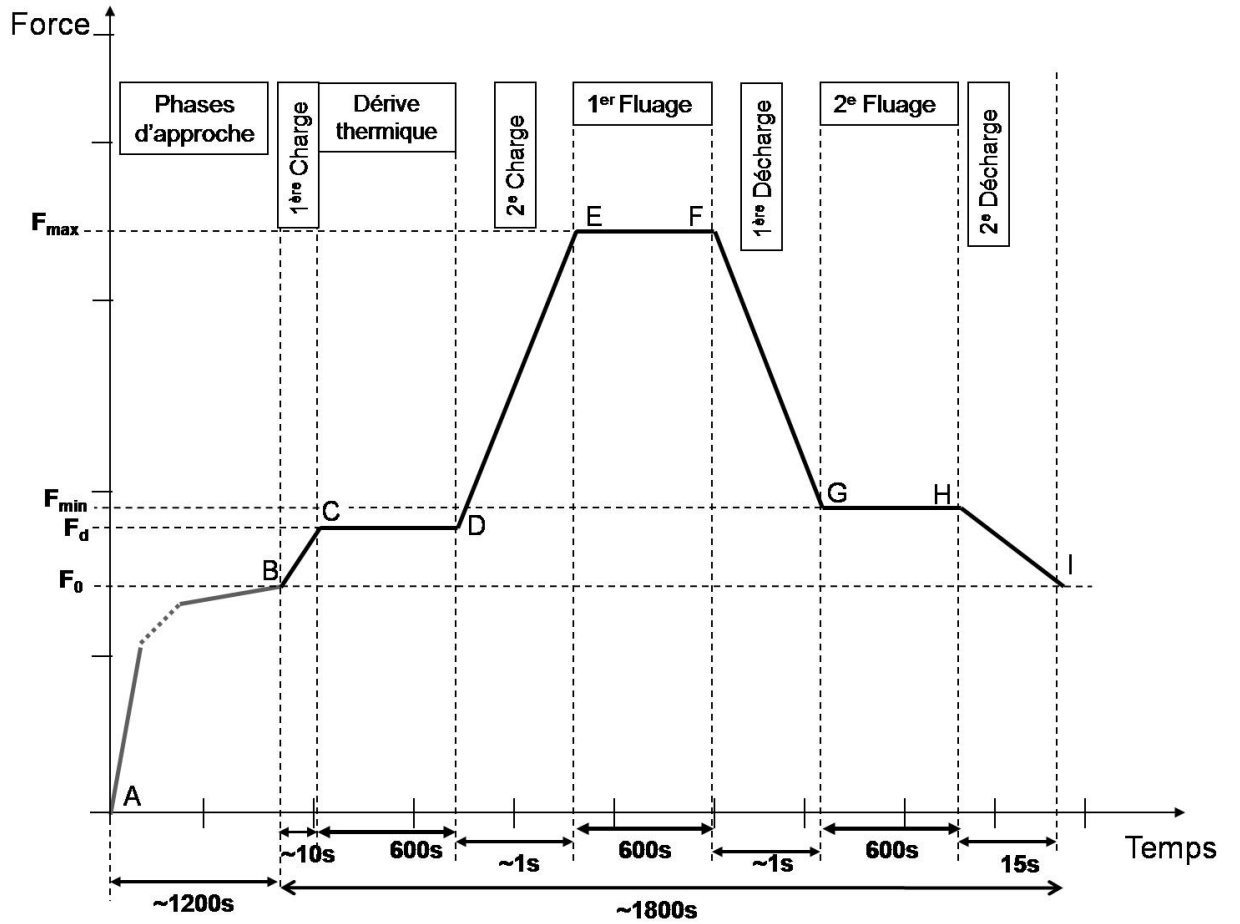


FIG. 5.2 – Protocole expérimental

tion de la surface s'effectue lors du dernier segment à l'aide de la raideur de contact dont l'évolution à proximité de la surface est présentée en figure 5.3. Cette raideur de contact est définie par  $S = \frac{dF}{dh}$ , le rapport de la force appliquée et du déplacement de la colonne d'indentation. Proche de la surface, la raideur est stable et voisine de zéro, puis elle augmente rapidement lorsque le micro-insert et la puce d'aluminium sont en contact au point B. Les effets des forces d'attraction à courte portée et de la rugosité peuvent perturber la détection de surface. De façon à limiter les erreurs dues aux perturbations à proximité de la surface, une raideur de contact minimale est fixée, à partir de laquelle le micro-insert est considéré comme étant en contact avec la puce d'aluminium. Cette raideur est, dans notre cas, fixée à 250 N/m, ce qui est une valeur faible permettant une détection précise à moins de 25nm de la surface. La force à la détection de surface est notée  $F_0$  et elle est choisie égale à zéro. La force  $F$  de contact mesurée lors des essais de micro-insertion nickel/aluminium



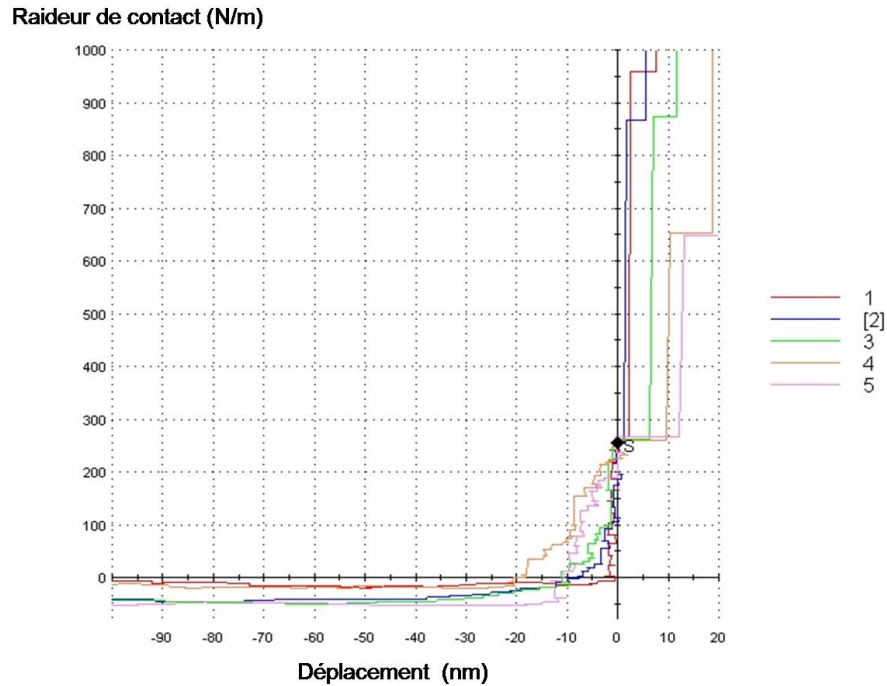


FIG. 5.3 – Détection de surface par la raideur de contact nickel-aluminium

sera prise en compte à partir de  $F_0$ .

– Etape n°2 : Première charge

Après la mise en contact, la force est augmentée pendant 10s jusqu'à la force  $F_d$  à laquelle la dérive thermique est mesurée. Pour chaque diamètre,  $F_d$  a été choisie afin de correspondre à une pression moyenne de 5,7MPa. Cette dérive est celle de l'appareil au cours du temps lors de la mesure des déplacements.

– Etape n°3 : Mesure de la dérive thermique

Elle correspond à toute dilatation ou contraction du nanoindenteur due à une variation de température. La dérive thermique est supposée linéaire sur toute la durée de l'essai. De ce fait, la durée maximale de l'essai de micro-insertion a été obtenue en déterminant la durée pendant laquelle la dérive peut être considérée comme linéaire. C'est pour cette raison que des expériences de mesures de dérive thermique avec une pointe Berkovich de la silice fondue collée sur la platine inclinable (un matériau dont le fluage est négligeable) sont réalisées pendant 1h. Les courbes montrent que le déplacement peut être supposé linéaire en fonction du temps durant 2000s (figure 5.4). Donc la durée maximale de l'essai à partir du contact entre le nickel et l'aluminium doit être inférieure à 2000s. Le déplacement au cours du temps lors de la micro-insertion nickel/aluminium doit être soustrait du déplacement brut mesuré.

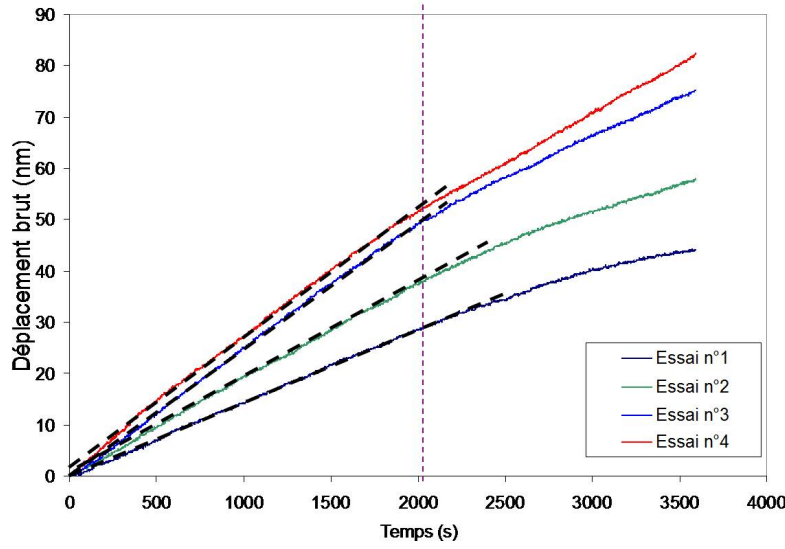


FIG. 5.4 – Mesures de dérive thermique du nanoindenteur dans la silice fondue pendant 1h à 10% de la force maximale de 20mN

Pour cela la force est maintenue constante pendant un temps donnée  $t_d$  (600s) et la dérive correspondante  $V_d$  est déduite de la mesure du déplacement  $h_d$  selon la relation suivante :

$$V_d = \frac{h_d}{t_d} \quad (5.1)$$

La dérive thermique est supposée linéaire en fonction du temps et par conséquent, elle doit être déterminée au cours de la déformation purement élastique des matériaux. C'est la raison pour laquelle en indentation classique, elle est calculée à 10% de la force maximale pendant la décharge. Dans le cas de l'essai d'insertion nickel-aluminium, un phénomène de fluage à la décharge et à 10% de la force maximale est constaté en traçant le déplacement en fonction du temps (voir figure 5.5). Partant de ce fait, nous avons décidé de calculer la dérive thermique en début de charge. Un exemple de calcul de la dérive thermique pour un micro-insert de nickel de  $6\mu m$  de diamètre à une force  $F_d=0,16mN$  est présenté sur la figure 5.6. La courbe montre un déplacement linéaire en fonction du temps et dans ce cas précis, une dérive  $0,07nm/s$  est trouvée.

– Etape n°4 : Deuxième charge

La dérive thermique est suivie d'une augmentation rapide de la force pendant un temps  $t_{ch}=1s$  jusqu'à la force maximale  $F_{max}$  choisie. La charge rapide est représen-

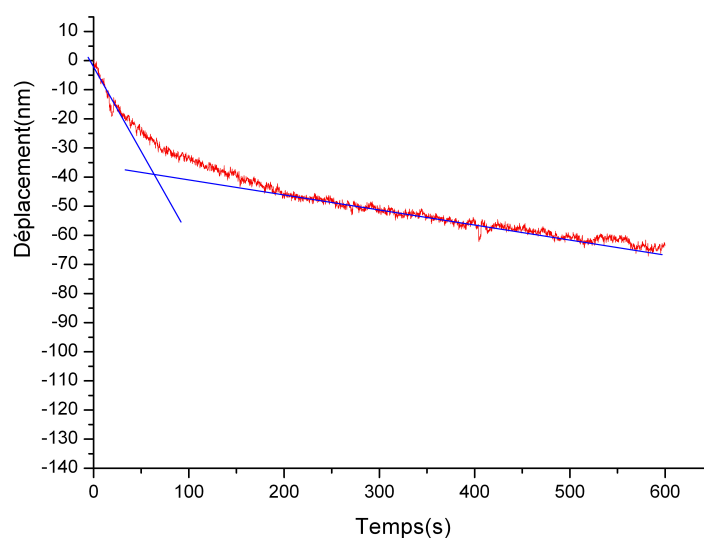


FIG. 5.5 – Fluage à 10mN pour un essai nickel-aluminium à force maximale de 100mN

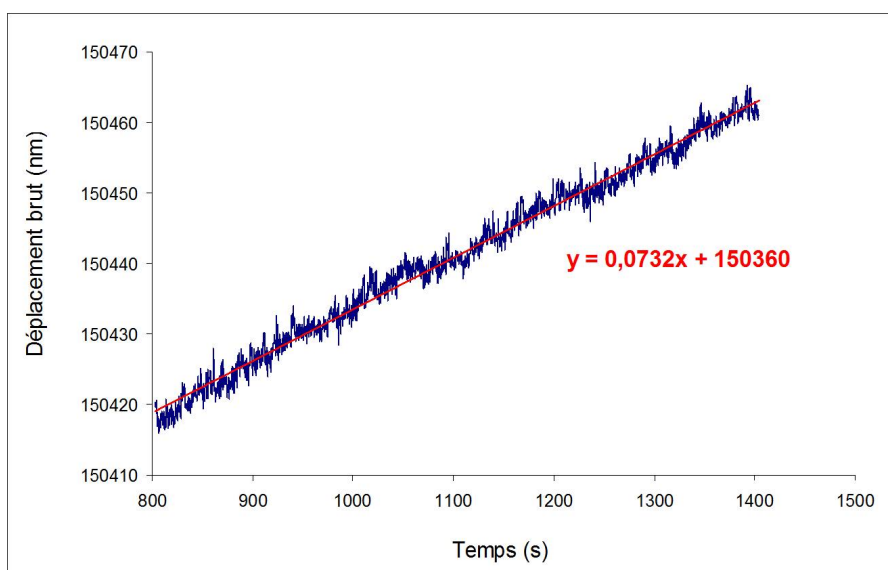


FIG. 5.6 – Evolution de la dérive thermique en début de charge d'un contact nickel ( $\varnothing=6\mu m$ )/aluminium

tative du procédé d'assemblage des puces par insertion.

– Etape n°5 : Première étape de fluage

La force est maintenue à sa valeur maximale pendant 600s dans le but d'étudier le comportement en fluage du système nickel-aluminium.

- Etape n°6 : Première décharge

Après la phase de fluage, la force est réduite à la même vitesse que lors de la charge et ce jusqu'à la force  $F_{min}$ .

- Etape n°7 : Deuxième étape de fluage

La force est maintenue à  $F_{min}$  pendant 600s pour étudier la restauration de déformation à faible force. La valeur de  $F_{min}$  est prise égale à  $10F_d$ .

- Etape n°8 : Deuxième décharge

La fin de l'essai est réalisée avec une décharge contrôlée en déplacement et à vitesse lente de 10nm/s.

## 5.2 Correction d'un exemple de courbe de micro-insertion

Avant de tracer la courbe obtenue, les données brutes recueillies doivent être corrigées pour ne tenir compte que des déformations de la puce du micro-insert de nickel et de la puce d'aluminium.

### 5.2.1 Correction de la compliance de la chaîne de mesure

La correction consiste à soustraire les déplacements supplémentaires dus à la déformation de l'instrument  $h_{inst}$  et de la dérive thermique  $h_d$  du déplacement total brut  $h_t$ . En indentation classique, les éléments de l'instrument pouvant induire des déplacements supplémentaires sont : la colonne, la platine standard et le bâti. Le déplacement  $h_{inst}$  causé par ces différents éléments est calculé à une force donnée  $F$  connaissant la raideur  $K_{inst}$  de l'instrument ou sa valeur inverse appelée "compliance"  $C_{inst}$  en Anglais et qui se traduit "complaisance" en mécanique. Donc l'enfoncement réel  $h_r$  de la pointe dans le substrat étudié lors de l'indentation est égal à :

$$h_r(t) = h_t - h_{inst} - h_d = h_t - F.C_{inst} - V_d.t \quad (5.2)$$

Dans notre cas, les éléments impliqués dans  $h_{inst}$  sont : la colonne, le support de micro-insert, la platine inclinable et le bâti. Nous allons définir la "compliance" correspondante  $C'_{inst}$  comme une combinaison de la "compliance"  $C_1$  de la colonne, de la platine inclinable et du bâti d'une part et de la "compliance"  $C_2$  du support de puce de micro-insert d'autre part :

$$C'_{inst} = C_1 + C_2 \quad (5.3)$$

Pour calculer les valeurs de  $C_1$  et  $C_2$ , la méthode traditionnelle qui permet de déterminer la "compliance" de l'instrument  $C_{inst}$  en indentation classique est utilisée. Lorsqu'une force est appliquée, celle-ci entraîne non seulement une pénétration de la pointe d'indentation dans l'échantillon avec une raideur de contact  $S$  mais également une déformation de l'ensemble colonne/platine standard/bâti de raideur  $K_{inst}$ . La force entraînant la déformation des ressorts de raideur  $K_s$  étant négligeable, il est possible de considérer l'ensemble du système comme deux ressorts en série de raideurs  $S$  et  $K_{inst}$  comme le montre la figure 5.7.

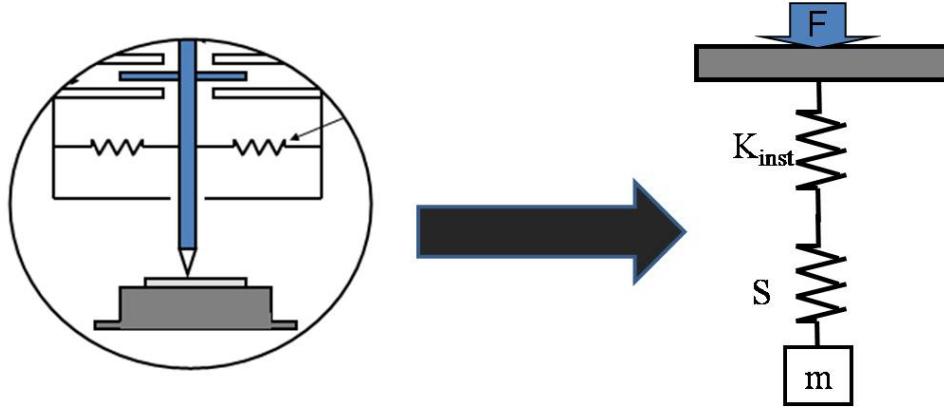


FIG. 5.7 – Modèle pour le calcul de la "compliance" de l'instrument dans le cas de l'indentation classique

Donc la somme de leur "compliance" donne la "compliance" totale  $C_t$  ou  $dh/dF$  mesurée par le nanoindenteur :

$$C_t = \frac{dh}{dF} = \frac{1}{S} + C_{inst} \quad (5.4)$$

L'expression de  $S$  est donnée, à partir de l'équation 1.4, par :

$$S = \frac{2\beta}{\sqrt{\pi}} E_{eff} \sqrt{A_c} \quad (5.5)$$

où  $A_c$ , pour une pointe Berkovich, est égale à :

$$A_c = 24,5h_c^2 \quad (5.6)$$

En remplaçant les équations 5.5 et 5.6 dans l'expression de la "compliance" totale, nous obtenons :

$$C_t = \frac{dh}{dF} = \left[ \sqrt{\frac{\pi}{24,5}} \frac{1}{2\beta E_{eff}} \right] \frac{1}{h_c} + C_{inst} \quad (5.7)$$

Une série d'essais d'indentation réalisée sur la silice fondue avec des forces maximales allant de 10mN à 450mN permet de tracer  $dh/dF$  en fonction de  $1/h_c$  (figure 5.8).

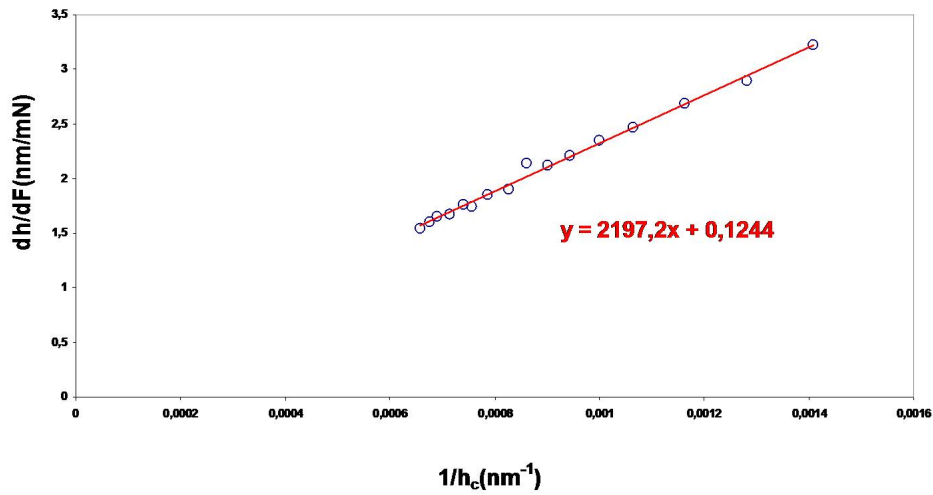
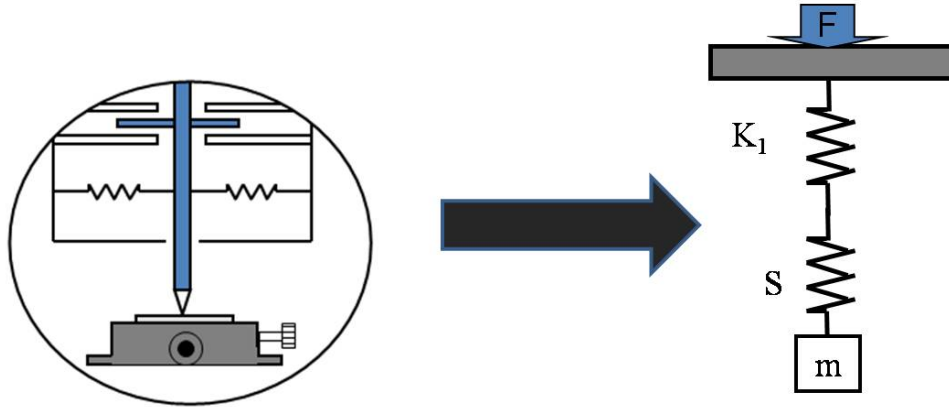
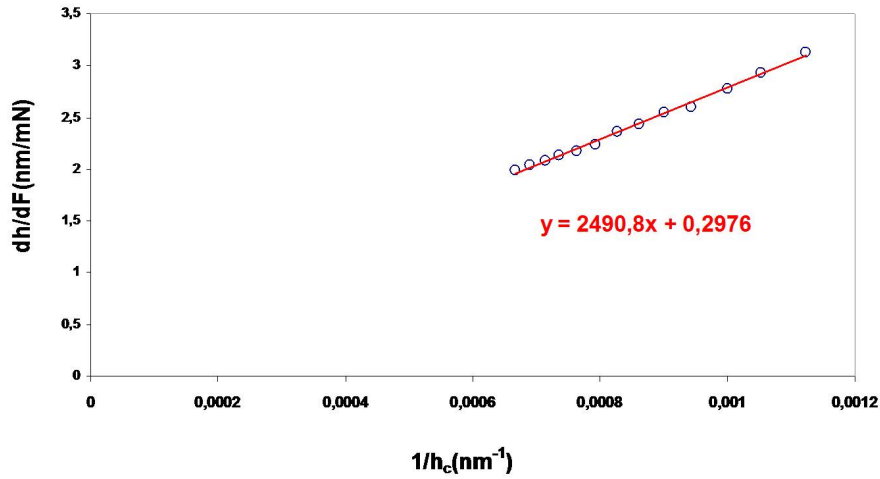


FIG. 5.8 – Détermination de  $C_{inst}$  à partir de l'évolution de  $dh/dF$  en fonction de  $1/h_c$  avec une série d'indentation de la silice fondue

La courbe obtenue est une droite de coefficient directeur proportionnel à  $1/E_{eff}$  et d'ordonnée à l'origine  $C_{inst}$ . La valeur obtenue pour  $C_{inst}$  est de 0,12nm/mN, soit  $K_{inst} = 8.10^6\text{N/m}$ . Cette valeur est sensiblement égale à la valeur habituellement donnée par les fournisseurs, soit  $\sim 0,14\text{nm/mN}$  [74].

En utilisant cette méthode, la "compliance"  $C_1$  de l'ensemble colonne/platine inclinable/bâti est estimée à partir du modèle dynamique de la figure 5.9 où l'indentation de la silice est réalisée en utilisant la platine inclinable.

Donc l'équation de la "compliance" totale s'écrit :

FIG. 5.9 – Modèle pour le calcul de la "compliance"  $C_1$ FIG. 5.10 – Détermination de  $C_1$  à partir de l'évolution de  $dh/dF$  en fonction de  $1/h_c$  avec une série d'indentation de la silice fondue

$$C_t = \frac{dh}{dF} = \left[ \sqrt{\frac{\pi}{24,5}} \frac{1}{2\beta E_{eff}} \right] \frac{1}{h_c} + C_1 \quad (5.8)$$

La courbe obtenue à partir des essais réalisés sur la silice fondue est présentée sur la figure 5.10. La valeur de  $C_1$  ainsi obtenue est de 0,3nm/mN.

Pour la "compliance"  $C_2$ , les essais d'indentation sont effectués sur la silice fondue collée sur le support de puce de micro-insert. Celui-ci est placé sur un porte-échantillon comportant, comme pour la colonne, un trou taraudé M1,6 et ce porte-échantillon est fixé dans la platine standard. Le modèle dynamique correspondant à

cette configuration est présentée sur la figure 5.11. La "compliance" totale déduite

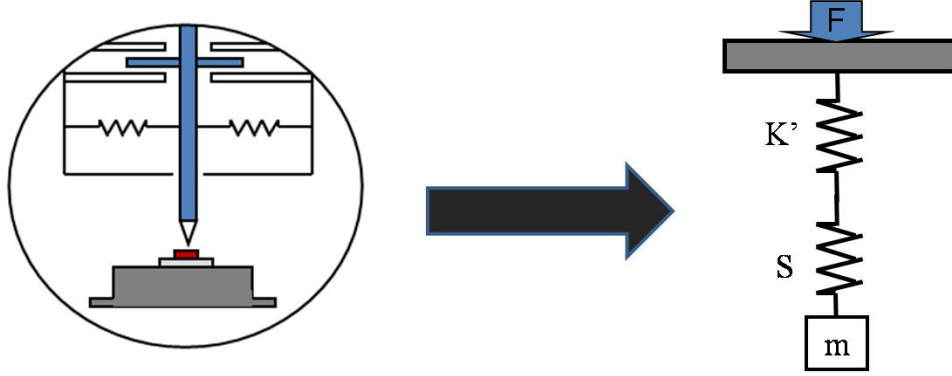


FIG. 5.11 – Modèle pour le calcul de la "compliance"  $C_2$

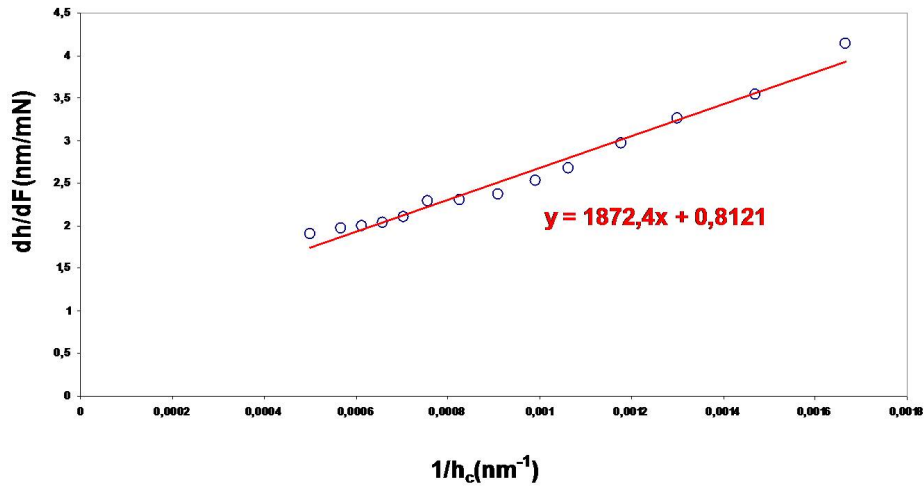


FIG. 5.12 – Détermination de  $C'$  à partir de l'évolution de  $dh/dF$  en fonction de  $1/h_c$  avec une série d'indentation de la silice fondue

de ce modèle est donnée par la relation suivante :

$$C_t = \frac{dh}{dF} = \left[ \sqrt{\frac{\pi}{24,5}} \frac{1}{2\beta E_{eff}} \right] \frac{1}{h_c} + C' \quad (5.9)$$

La courbe extraite des différentes essais est illustrée sur la figure 5.12. La valeur de  $C'$  déduite de la figure 5.12 est de 0,81nm/mN. Cette valeur englobe les "compliances" du support de puce de micro-insert  $C_2$  et de l'instrument en indentation



classique  $C_{inst}$ . Par conséquent la "compliance" du support de puce de micro-insert est donnée par :

$$C_2 = C' - C_{inst} = 0,81 - 0,12 = 0,69nm/mN \quad (5.10)$$

En conclusion, la valeur de la "compliance" de l'instrument  $C'_{inst}$  lors de l'essai de micro-insertion est de  $C_1 + C_2$  soit 0,99nm/mN ce qui correspond à une raideur de  $10^6N/m$ . Donc les modifications apportées au nanoindenteur induisent une chaîne de mesure huit fois moins rigide que dans les conditions classiques des essais d'indentation. C'est cette valeur de compliance d'instrument qui sera utilisée pour corriger les déplacements mesurés lors des essais de micro-insertion.

### 5.2.2 Exemple de courbe de micro-insertion

En utilisant le protocole expérimental présenté précédemment, un exemple d'essai de micro-insertion nickel/aluminium avec les paramètres suivants est présenté :

- Diamètre micro-insert :  $6\mu m$
- $t_{ch}$  : 1s
- $F_{max}$  : 46mN
- $F_d$  : 0,16mN
- $F_{min}$  : 1,6mN

La figure 5.13 montre les courbes de micro-insertion nickel/aluminium avant et après correction. La courbe corrigée montre tout d'abord une phase de charge jusqu'à un enfoncement de l'ordre de 320nm à  $F_{max}$ . Ensuite, à  $F_{max}$ , une première phase de fluage qui correspond à un déplacement du système puce de micro-insert de nickel/puce d'aluminium est constatée. Cet effet est suivi d'une première décharge représentant le retrait du micro-insert de nickel de la puce d'aluminium. A la fin de la première décharge, peut être identifiée une deuxième phase de fluage à  $F_{min}$ . Enfin, lorsque le micro-insert est complètement retiré, nous constatons un déplacement résiduel  $h_r$  environ égal à 490nm. L'analyse de ces différentes étapes sera effectuée dans le chapitre suivant. Pour l'instant nous allons nous contenter de vérifier la validité de cette courbe en calculant le rayon du micro-insert en début de décharge en utilisant la formule de Sneddon. Cette valeur sera comparée au rayon réel du micro-insert. En partant du modèle de l'essai d'insertion nickel-aluminium (figure 5.14) qui suppose un enfoncement du nickel dans sa base (vu la présence du film d'aluminium de  $1\mu m$  d'épaisseur) et dans la puce d'aluminium, nous pouvons

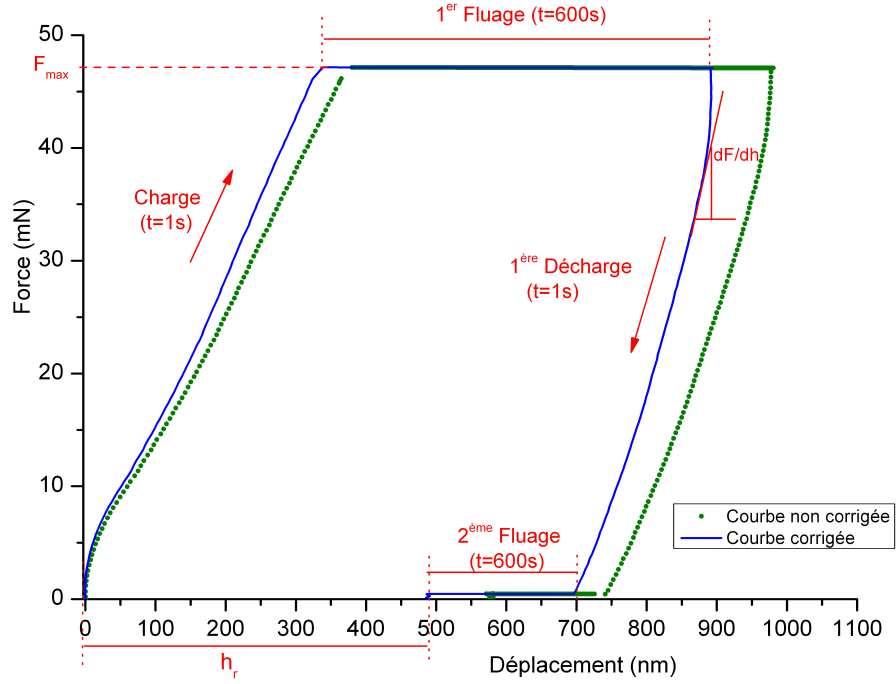


FIG. 5.13 – Evolution de la force en fonction du déplacement avant et après correction de l'essai d'insertion nickel (diamètre=6 $\mu m$ )-aluminium

écrire la formule de Sneddon comme :

$$S = \frac{dF}{dh} = 2a_{exp}E_{eff} \quad (5.11)$$

Le module effectif est égal à 51GPa et il est calculé à partir des mesures, par nanoindentation (voir annexe 2), des modules de Young du film d'aluminium (63GPa) et d'un film de nickel d'épaisseur 1,5 $\mu m$  déposé dans les mêmes conditions que les échantillons de micro-insert (170GPa). Sachant que la raideur du contact nickel-puce d'aluminium est égale à la moitié de la raideur donnée par la courbe soit 270mN/ $\mu m$ , nous déduisons la valeur de rayon expérimental  $a_{exp}$  égale à 2,6 $\mu m$ . Ce calcul montre une erreur de 13% par rapport à  $a_r$  de 3 $\mu m$ . Cette erreur pourrait être causée par le fait que la formule de Sneddon suppose une déformation élastique d'un espace semi infini alors que dans notre cas, il s'agit d'un film mince soumis à une déformation élastoplastique. En plus de cela, la déformation de part et d'autre du micro-insert de nickel n'est certainement pas symétrique à cause des différentes couches en présence et de leurs épaisseurs. Par ailleurs la présence d'une empreinte

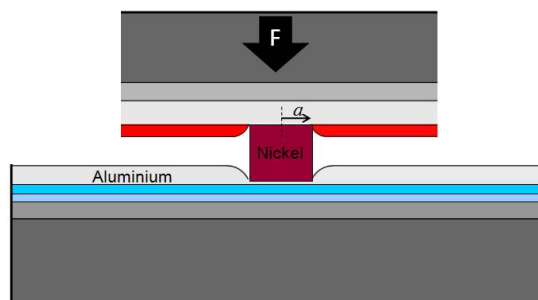


FIG. 5.14 – Modèle de l'essai d'insertion nickel-aluminium pour le calcul du diamètre de micro-insert

sur la puce d'aluminium est observable au microscope à force atomique (AFM) sur la figure 5.15. Le tracé de profil montre la présence de bourrelet en périphérie de

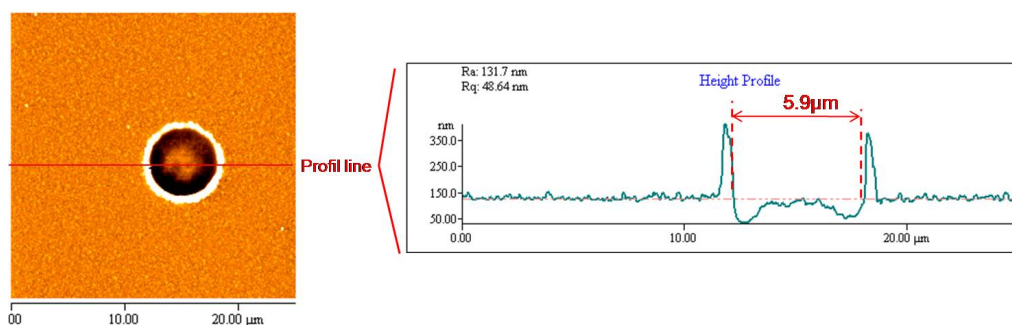


FIG. 5.15 – Image de l'empreinte résiduelle et de son profil sur la puce d'aluminium après essai d'insertion

l'empreinte et un enfoncement plus important au bord de celle-ci. L'enfoncement au bord de l'empreinte n'est pas à la même profondeur partout, ceci pourrait être dû à un problème de désalignement entre les deux faces en regard. Un diamètre d'empreinte de  $5,9\mu m$  sensiblement égal au diamètre du micro-insert est constaté.

Le calcul du rayon du micro-insert à partir de la décharge et la visualisation de l'empreinte confortent les choix du protocole expérimental et des corrections apportées aux données brutes recueillies.

### 5.3 Bilan

Dans ce chapitre nous avons présenté le protocole expérimental utilisé pour les essais mécaniques. Il a été appliqué à un essai d'insertion d'un micro-insert de nickel de  $6\mu m$  de diamètre dans la puce d'aluminium. Les données brutes extraites de cet

essai ont été corrigées pour tenir compte des déformations supplémentaires dues à la dérive thermique, au support de puce de micro-insert et à la platine inclinable. La validité du protocole utilisé ainsi que les corrections apportées ont été vérifiées grâce à la formule de Sneddon et à l'observation de l'empreinte résiduelle. Avant de faire l'analyse détaillée des essais mécaniques, nous allons décrire le protocole expérimental utilisé pour les essais électriques.



# Chapitre 6

## Protocole d'essai électrique

### 6.1 Mise en place des échantillons

Pour tester les connexions électriques des micro-inserts, un véhicule de test est utilisé au LETI. Le véhicule de test est constitué d'un circuit spécifique composé d'une première partie présente sur le substrat, sur lequel sont fabriqués les micro-inserts, et d'une partie complémentaire présente sur la puce (figure 6.1). Le courant

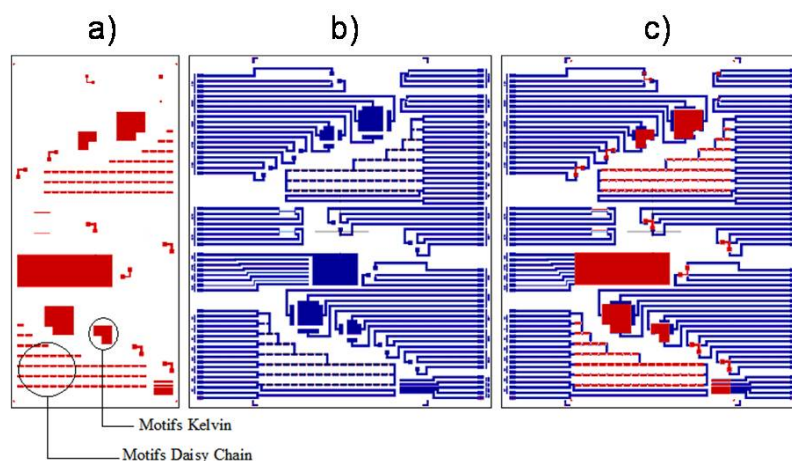


FIG. 6.1 – Schéma du véhicule de test : a) en rouge la partie "puce" du circuit, b) en bleu la partie "substrat", et c) les deux parties superposées

électrique parcourt alternativement la puce et le substrat, transitant de l'un à l'autre par les micro-inserts. Sur ce circuit sont présents plusieurs motifs de test, permettant de :

- mesurer la résistance de contact d'un pad de connexion de dimensions données, constitué d'un grand nombre de micro-inserts (motif Kelvin),

- mesurer la résistance d'une chaîne de plusieurs contacts en série (motif Daisy Chain).

Le motif Kelvin permet de mesurer la résistance de contact micro-inserts/pad en s'affranchissant de la résistance de ligne et de la résistance de contact des pointes de mesure. Il se compose de deux motifs complémentaires, un motif sur la plaque substrat et l'autre sur la puce à hybrider. La figure 6.2 représente schématiquement le motif Kelvin et sa technique de mesure. Le motif Daisy Chain permet de me-

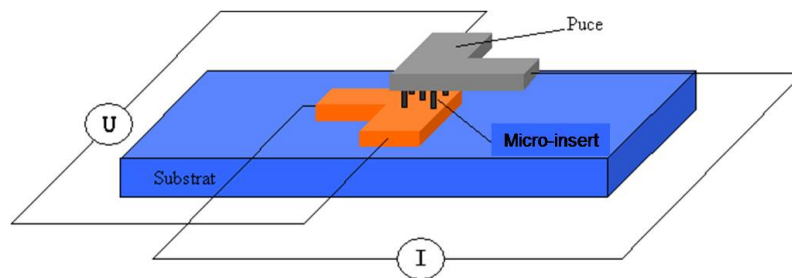


FIG. 6.2 – Motif Kelvin

sur la résistance en série de plusieurs contacts. Le courant passe successivement des pads de connexion du substrat à ceux de la puce par l'intermédiaire des micro-inserts. Dans le cas des deux motifs de ce véhicule de test, la résistance de contact

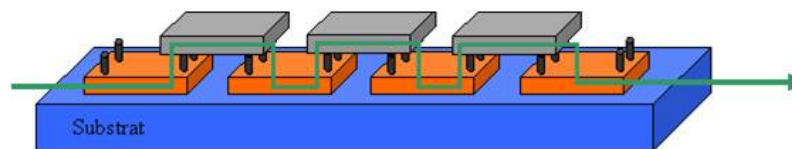


FIG. 6.3 – Motif Daisy Chain

est mesurée de façon collective après l'hybridation. Ces mesures donnent une valeur de résistance de contact de  $0,6\Omega$  par micro-insert. Nous proposons des mesures de résistance complémentaires réalisées en continu lors de la micro-insertion d'un micro-insert de nickel dans un film d'aluminium. Les essais électriques sont couplés à la mesure de la force et du déplacement. Pour cela, la puce d'aluminium est collée sur un porte-échantillon muni de cinq contacts électriques traversants. La puce d'aluminium est raccordée électriquement par câblage filaire aux cinq contacts du porte-échantillon (figure 6.4). La platine inclinable comporte un réceptacle au fond duquel sont également disposés cinq contacts. Les cinq contacts du porte-échantillon sont alignés avec ceux du réceptacle lors de la mise en place. La connexion électrique entre les appareils de mesure et les contacts du réceptacle s'effectue à l'aide d'un boîtier de connecteurs BNC relié à un câble pouvant être branché à la platine (figure

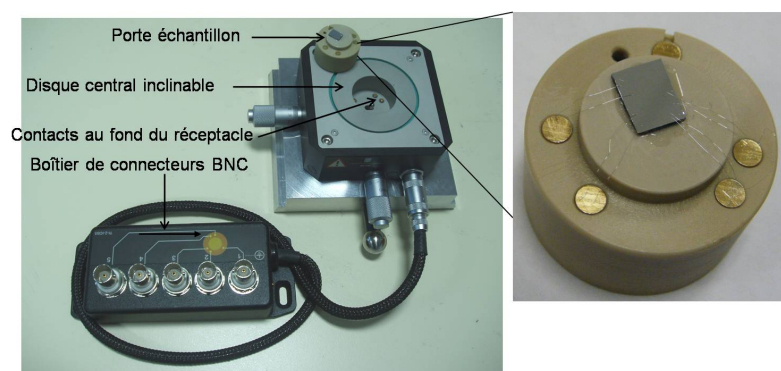


FIG. 6.4 – Platine inclinable et connexions électriques de la puce d'aluminium

6.4). Pour la puce de micro-insert, elle est collée au milieu de la zone centrale carrée puis raccordée électriquement par câblage électrique aux quatre pastilles du support de puce de micro-insert. Ces pastilles sont reliées à quatre boucles qui sont en contact

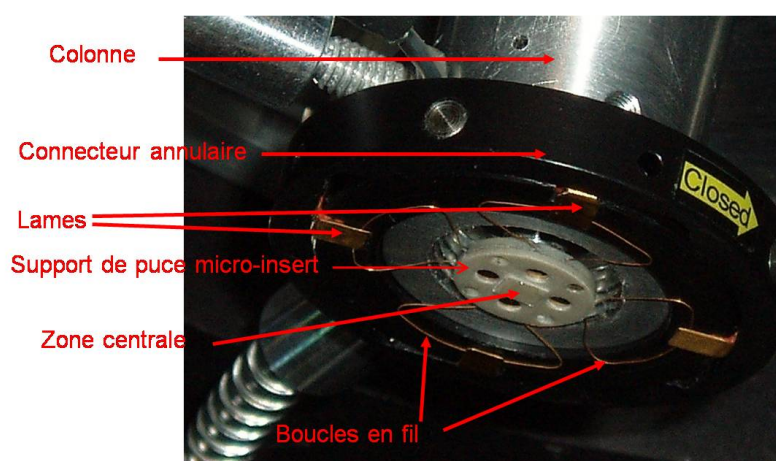


FIG. 6.5 – Support de puce de micro-insert de nickel monté sur la colonne d'indentation

avec les lames du connecteur annulaire si celui-ci est en position fermée. Les lames du connecteur annulaire, étant reliées à un boîtier de connecteurs BNC, peuvent être raccordées électriquement à des appareils de mesure. Nous pouvons voir sur la figure 6.5 le module de tête d'indentation monté sur la colonne du nanoindenteur avec les lames du connecteur annulaire fermées sur les boucles en fil.

Dans la mise en place de nos essais électriques, la problématique est liée à la configuration des puces de micro-insert et d'aluminium. Chaque puce est connectée par câblage filaire aux pastilles du support de puce pour les micro-inserts et aux contacts du porte-échantillon pour la puce d'aluminium. Le fil utilisé est en alu-



minium et son diamètre est de  $50\mu m$ . Cette valeur est supérieure à la hauteur du micro-insert qui est environ égale à  $5\mu m$ . Ce qui veut dire que lors de la détection de surface, les fils de câblage seront en premier en contact avec la puce d'aluminium. Cela peut empêcher tout contact nickel-aluminium et fausser les mesures électriques. Pour éviter ces désagréments, nous avons d'une part réalisé les points de soudure dans les parties non polies de la puce et en périphérie (voir figure 6.6), et d'autre part décalé les deux puces lors de l'essai. Dans cette configuration (voir figure 6.7), seule la zone aux alentours du micro-insert est en vis-à-vis de la puce d'aluminium.

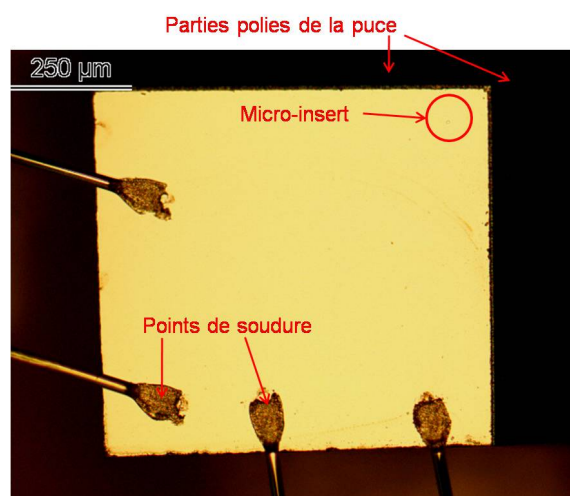


FIG. 6.6 – Mise en évidence des points de soudure sur la puce de micro-insert

## 6.2 Montage électrique

### 6.2.1 Schéma électrique et appareils de mesure utilisés

Le but de cette étude est de mesurer la résistance de contact aux bornes du contact nickel-aluminium lors de l'essai d'insertion. Il faudra donc imposer une tension et mesurer la réponse en courant ou inversement tout en pilotant le déplacement de la colonne. Pour cela, nous disposons du montage de la figure 6.8. L'ordinateur de pilotage du nanoindenteur donne des consignes au nanoindenteur et un signal de synchronisation peut être envoyé à l'instant voulu au sourcemètre/voltemètre (2601 de Keithley) pour commencer les mesures électriques de résistance de contact. Le sourcemètre est un instrument de précision capable de générer et de mesurer simultanément courant et tension. En imposant par exemple un courant, il permet de

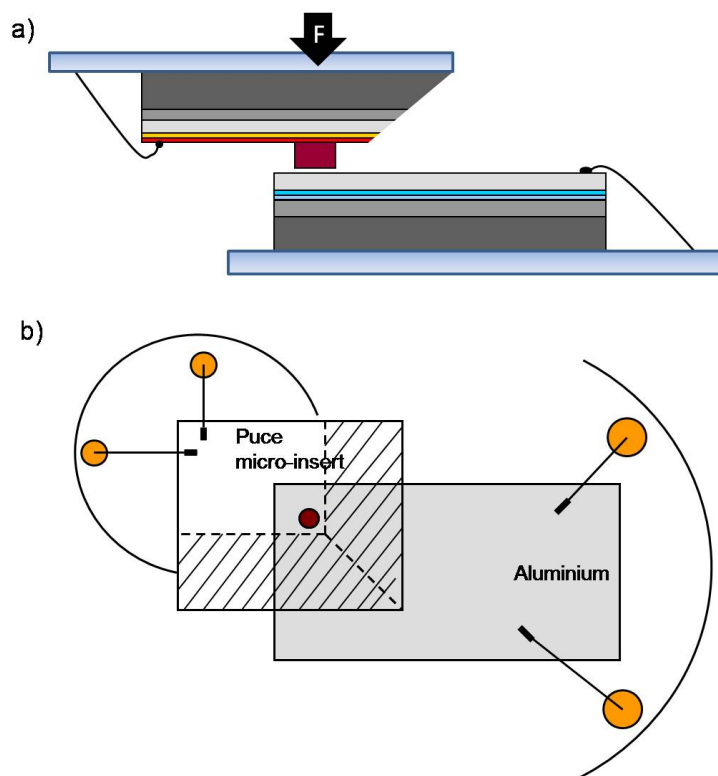


FIG. 6.7 – Mise en place des échantillons pour les essais électriques : a) vue de profil et b) vue de dessus

mesurer directement une tension et une résistance [75]. L'instrument est relié à un ordinateur par l'intermédiaire d'un câble GPIB. Des scripts de mesure peuvent lui être envoyés et les résultats sont récupérés instantanément par l'intermédiaire du logiciel de commande de l'instrument.

### 6.2.2 Méthodes de mesure

Plusieurs sources d'erreur relatives à la chaîne de mesure et à l'environnement extérieur peuvent affecter la précision des mesures de faible résistance. Pour réduire ces erreurs, les mesures de résistance sont réalisées par la méthode "quatre points". Elle consiste à différencier les circuits d'injection du courant et de mesure de la tension. Cela permet de s'affranchir des résistances parasites induites par les connexions et la chaîne de mesure. Par ailleurs, les sources d'erreur les plus communes dans les mesures bas niveau sont les tensions thermoélectriques. Elles sont générées lorsque les différentes parties du montage électrique ne sont pas à la même température et quand les contacts sont constitués de matériaux différents. Pour expliquer cela,

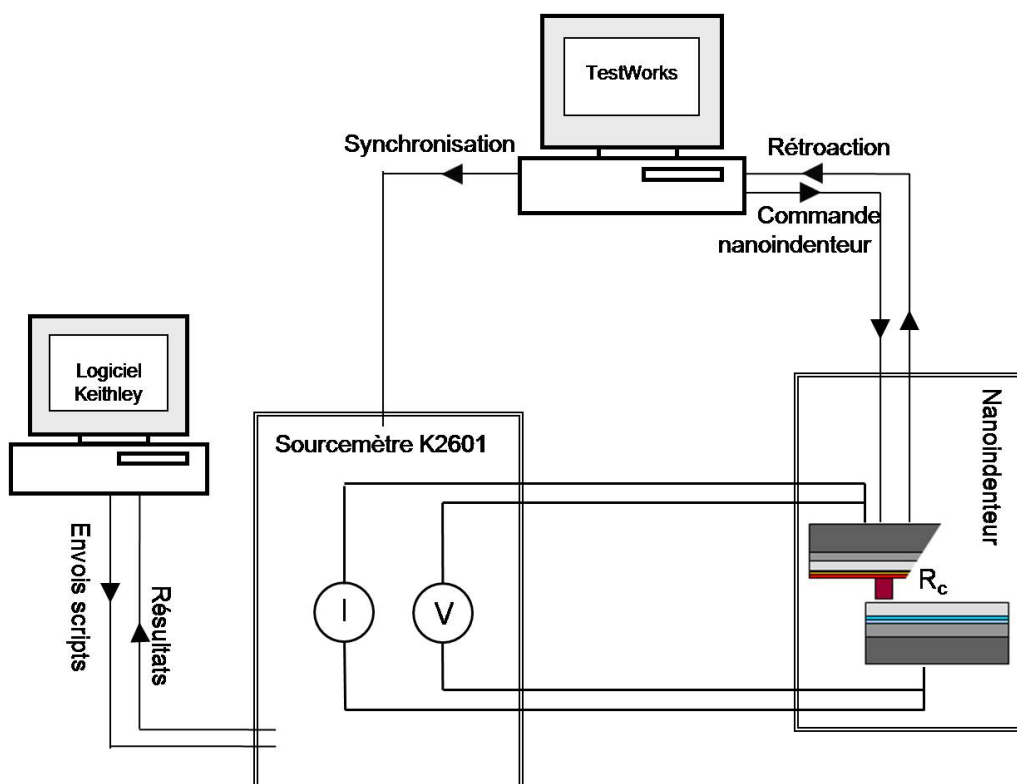


FIG. 6.8 – Schéma du montage électrique

le "pouvoir thermoélectrique"  $S_{AB}$  également appelé coefficient de Seebeck est utilisé. C'est le rapport entre la différence de potentiel électrique  $\Delta V$  aux bornes d'un contact entre deux métaux A et B et la différence de température  $\Delta T$  à travers celui-ci :

$$S_{AB} = \frac{\Delta V}{\Delta T} \quad (6.1)$$

Des valeurs de  $S$  prises pour certains métaux en contact avec le cuivre sont présentées dans le tableau 6.1. Le tableau montre que la tension thermoélectrique la

Matériaux de contact	Pouvoir thermoélectrique
cuivre-cuivre	$0,2\mu V/^{\circ}C$
cuivre-argent	$0,3\mu V/^{\circ}C$
cuivre-or	$0,3\mu V/^{\circ}C$
cuivre-oxyde de cuivre	$1000\mu V/^{\circ}C$

TAB. 6.1 – Pouvoir thermoélectrique de certains métaux en contact avec le cuivre

plus faible est obtenue lorsque les matériaux en contact sont identiques. Par contre,

la présence d'oxyde dans les contacts augmente la tension thermoélectrique. Les solutions évidentes pour minimiser les tensions thermoélectriques consistent d'une part à mettre tout le circuit à la même température en laissant chauffer les appareils jusqu'à atteindre l'équilibre thermique à température ambiante. D'autre part, il faut utiliser les mêmes matériaux partout dans le circuit. Dans la pratique, ces deux solutions sont difficilement réalisables. D'autres possibilités comme la méthode de l'inversion de courant permet de réduire ces effets. Elle nécessite l'emploi de deux courant de même valeur  $I$  mais de polarité opposée comme le montre la figure 6.9. Avec un courant positif (figure 6.9-a), la tension  $V_{M+}$  aux bornes du contact de ré-

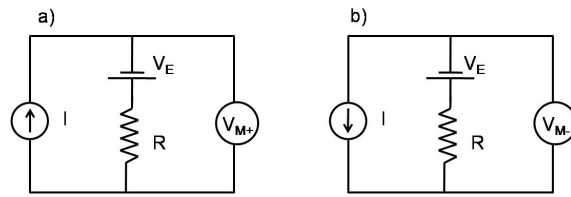


FIG. 6.9 – Réduction de la tension thermoélectrique par la méthode de l'inversion du courant : a) Mesure avec un courant positif et b) mesure avec un courant négatif

sistance  $R$  est définie par :

$$V_{M+} = V_E + IR \quad (6.2)$$

où  $V_E$  représente la valeur de la tension thermoélectrique. L'inversion de la polarité du courant (figure 6.9-b) permet de mesurer une deuxième tension  $V_{M-}$  qui s'exprime par :

$$V_{M-} = V_E - IR \quad (6.3)$$

Les équations 6.2 et 6.3 peuvent être combinées pour éliminer la tension thermoélectrique et obtenir la tension réelle  $V_M$  aux bornes du contact :

$$V_M = \frac{V_{M+} - V_{M-}}{2} = \frac{(V_E + IR) - (V_E - IR)}{2} = IR \quad (6.4)$$

La résistance est alors égale à :

$$R = \frac{V_M}{I} \quad (6.5)$$

La validité de cette méthode est liée à la constance de  $V_E$  pour les deux phases. Or, sa valeur évolue avec la température de quelques  $\mu V/^{\circ}C$  à  $100\mu V/^{\circ}C$ , et donc avec le temps. Il est alors essentiel de réaliser les mesures le plus rapidement possible. Cette méthode sera utilisée pour mesurer la résistance de contact nickel-aluminium.

## 6.3 Protocole expérimental

Puisque le protocole expérimental utilisé pour les essais mécaniques a été validé, nous allons nous baser sur celui-ci pour effectuer les essais électriques. Les seules modifications effectuées dans le but de valider le couplage mécanique-électrique portent sur l'élimination des phases de fluage et l'augmentation de la durée de charge et de décharge qui passe à 300s. Le but de ces premières mesures est de montrer la faisabilité des essais électriques et d'explorer le plus efficacement possible les variations de résistance de contact avec la profondeur d'enfoncement. Le protocole expérimental est présenté sur la figure 6.10 (l'échelle n'est pas respectée). La mesure de la résistance débute au début de la deuxième phase de charge et se termine à la fin de l'essai d'insertion. Les caractéristiques électriques sont choisies de façon à éviter tout phénomène de claquage d'oxyde ou de fusion des matériaux lors du contact.

### – Contrôle en tension constante :

Les essais ont été réalisés avec une tension constante égale à 1mV. En fixant la tension au lieu du courant, le claquage de l'oxyde natif d'aluminium peut être évité. En effet, si les essais étaient pilotés en courant, le sourcemètre appliquerait une tension très importante pour compenser la résistance qui, comme nous l'avons vu, est infinie en début de contact. Une forte tension en début de contact peut avoir pour conséquence le claquage de l'oxyde natif. Donc une valeur de tension est choisie de façon à obtenir un champ électrique faible devant le champ critique de claquage de l'oxyde d'aluminium qui est estimé à  $\sim 500MV/m$  [76]. Pour un film d'oxyde natif de 4nm, une tension de 1mV implique un champ de 0,25MV/m, ce qui est négligeable devant le champ de claquage de l'oxyde d'aluminium. Par ailleurs, cette faible tension maximale de 1mV autorisée aux bornes du contact électrique nous assure de ne pas avoir d'échauffement de contact (voir équation 3.28 et figure 3.9 du chapitre 3).

### – Valeur limite en courant :

Pour cette valeur de tension, la valeur limite en courant  $I_{comp}$  est arbitrairement fixée à 1mA. La valeur limite maximale permise par le sourcemètre pour une tension de 1mV est de 3A [75].

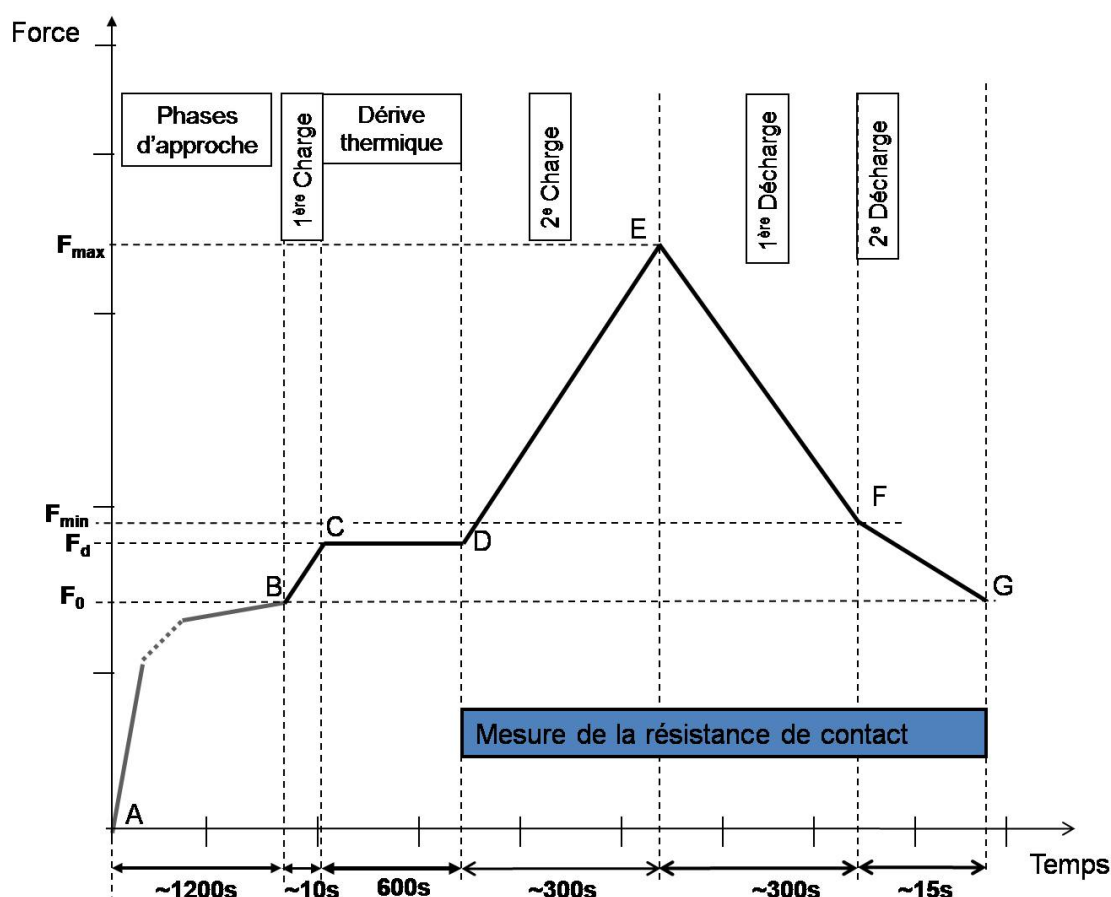


FIG. 6.10 – Protocole expérimental pour les essais électriques

Ce protocole expérimental sera utilisé dans le dernier chapitre où seront présentés puis analysés les résultats de mesure de résistance de contact électrique lors de la micro-insertion.

## 6.4 Bilan

Lors des essais électriques, la disposition des échantillons doit être effectuée de telle sorte que les fils de câblage soient en dehors de l'espace disponible entre les puces de micro-insert et d'aluminium. Un sourcemètre/voltemètre est utilisé pour mesurer la résistance de contact électrique. Pour éviter les erreurs de mesure, la méthode "quatre fils" est choisie et les mesures sont effectuées par la méthode d'inversion du courant pour s'affranchir des tensions thermoélectriques.



# Conclusion

Nous avons d'abord présenté les échantillons qui sont utilisés pour réaliser les essais d'insertion nickel-aluminium. Il s'agit de puces de micro-inserts de nickel obtenus par électrodéposition et de puces d'aluminium réalisées par PVD. Dans les deux cas, les puces sont constituées de différents matériaux déposés sur un substrat de silicium. De ce fait, l'interaction entre ces différents matériaux doit être prise en compte. Ensuite, le principe de fonctionnement du nanoindenteur et les modifications réalisés sur cet appareil pour les tests de micro-insertion ont été présentés. Ainsi la pointe d'indentation est remplacée par le module de tête d'indentation capable d'accueillir une puce de micro-insert, tandis que la puce d'aluminium est placée sur la platine inclinable. Ces modifications apportent à la technique de nanoindentation la possibilité de réaliser des essais mécaniques avec nos échantillons en leur associant, éventuellement, des mesures électriques. Cependant, les données brutes doivent être corrigées en soustrayant tout déplacement provoqué par la dérive thermique ou la chaîne de mesure. Les protocoles expérimentaux pour les essais mécaniques et électriques ont été présentés puis validés. L'analyse de ces résultats sera détaillée dans les deux dernières parties de ce manuscrit.





Troisième partie

**ANALYSE DES RESULTATS  
MECANIQUES ET ELECTRIQUES**



# Chapitre 7

## Contact mécanique

Ce chapitre est divisé en quatre parties. Dans la première partie, sera présenté le plan d'expérience utilisé lors des tests de micro-insertion. Ensuite, la deuxième partie portera sur une étude de l'influence de la force maximale, lors de la micro-insertion, sur la réponse mécanique du système constitué de la puce de micro-insert de nickel et de la puce d'aluminium. Puis, la troisième partie mettra l'accent sur l'influence du diamètre de micro-insert sur les comportements mécaniques de la puce de micro-insert de nickel et de la puce d'aluminium. Dans la deuxième et troisième partie, les courbes obtenues sont confrontées à la caractérisation des échantillons avant et après tests. Enfin, dans la dernière partie, seront présentés les paramètres de fluage du film d'aluminium extraits des courbes obtenues lors de la micro-insertion.

### 7.1 Plan d'expérience

Pour réaliser cette étude, nous disposons de trois types de diamètre de micro-inserts :  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$ . La force appliquée sur un micro-insert de nickel de  $12,5\mu m$  de diamètre lors du procédé industriel d'assemblage est estimée à 163mN. Donc pour le même diamètre, nous proposons des forces qui varient entre 100mN et 400mN, ce qui permettra de faire l'étude sur une large gamme de force. Trois niveaux de force maximale (faible force maximale, moyenne force maximale et forte force maximale) ont été choisis pour chaque diamètre de micro-insert en maintenant constante la pression moyenne  $P$  à l'interface de contact nickel/aluminium ( $P = \frac{F}{A}$ ). Quel que soit le diamètre de micro-insert, les pressions moyennes correspondantes aux faibles, moyennes et fortes forces maximales sont respectivement 0,8GPa, 1,6GPa et 3,2GPa. La vitesse de contrainte  $\dot{\sigma}$  est égale à 1,6GPa/s, ce qui

permet d'imposer des temps de charge rapides de 0,5s, 1s et 2s selon le procédé d'assemblage décrit dans la figure 5.1 (voir chapitre 5). A chaque force maximale  $F_{max}$ , la force est maintenue constante pour étudier une première étape de fluage du film d'aluminium. La deuxième étape de fluage est effectuée, en fin de décharge, en maintenant constante la force à une valeur  $F_{min}$  constante pour chaque diamètre et variant d'un diamètre à l'autre en respectant la conservation de la contrainte à l'interface du contact nickel/aluminium. Pour les diamètres  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$ , les valeurs de  $F_{min}$  sont respectivement égales à 1,6mN, 3,23mN et 7mN, ce qui correspond à une contrainte moyenne de 57MPa. La durée d'une étape de fluage est de 600s. La mesure de la dérive thermique, également réalisée pendant une durée de 600s, est effectuée pour corriger tout déplacement dû à une variation de température (voir 5 section 5.1). Les paramètres expérimentaux utilisés lors des tests sont résumés dans le tableau 7.1. Les tests réalisés à faibles, moyennes et fortes forces maximales sont respectivement notés A, B, et C et les chiffres 1, 2 et 3 sont respectivement attribués aux diamètres  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$ . Avant de présenter

Tests		$F_{max}$ (mN)	P (GPa)	Durée dérive thermique	Durée charge = durée décharge	Durée 1 <sup>er</sup> fluage =Durée 2 <sup>eme</sup> fluage
$6\mu m$	A1	23	0,8	600s	0,5s	600s
	B1	46	1,6	600s	1s	600s
	C1	92	3,2	600s	2s	600s
$8,5\mu m$	A2	46	0,8	600s	0,5s	600s
	B2	92	1,6	600s	1s	600s
	C2	184	3,2	600s	2s	600s
$12,5\mu m$	A3	100	0,8	600s	0,5s	600s
	B3	200	1,6	600s	1s	600s
	C3	400	3,2	600s	2s	600s

TAB. 7.1 – Paramètres expérimentaux pour les tests de micro-insertion de différents diamètres de micro-inserts et à différentes forces maximales

les résultats obtenus avec les paramètres expérimentaux présentés dans le tableau 7.1, une étude statistique a été réalisée afin d'étudier la reproductibilité des courbes qui seront présentées dans la suite. Cinq tests de micro-insertion ont été effectués avec à chaque fois un micro-insert différent de  $12,5\mu m$  de diamètre à la même force maximale de 400mN. Les courbes force-déplacement obtenues que nous appellerons courbes de micro-insertion sont présentées sur la figure 7.1 Les courbes 1, 3, et 5 présentent des similitudes avec des valeurs de déplacements sensiblement proches à force donnée. La courbe 4 est différente des trois courbes précédemment citées par la phase de charge qui ne présente pas de changement de pente. Quant à la courbe 2, elle présente un déplacement résiduel  $h_r$  largement supérieur à ceux mesurés pour les autres courbes. L'analyse de ces différences est expliquée ci-dessous.

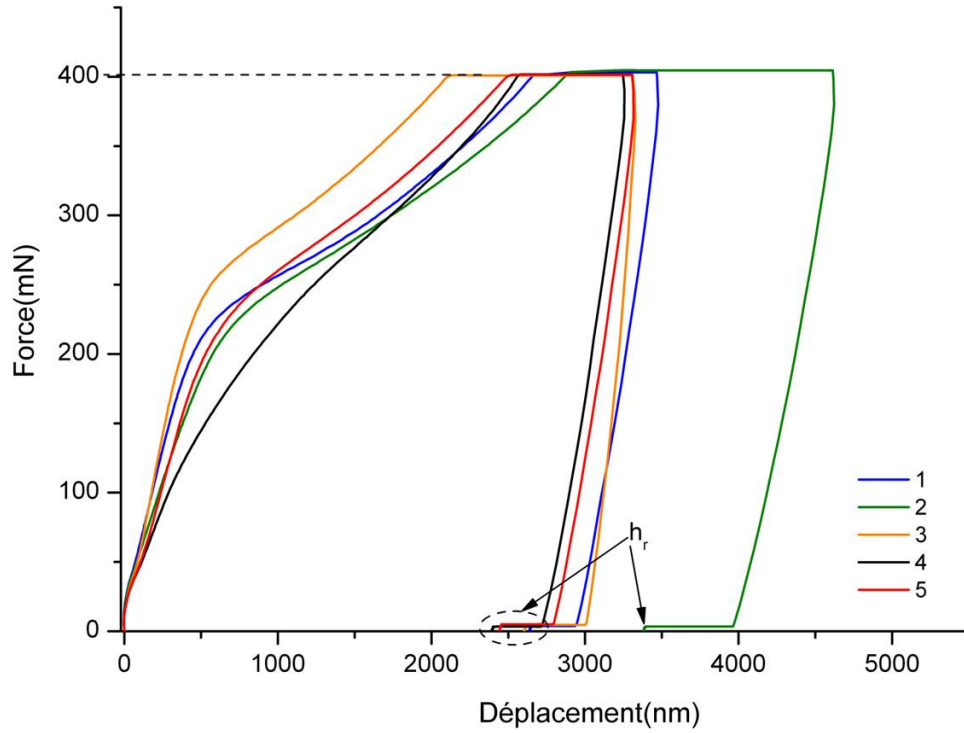


FIG. 7.1 – Etude statistique de la micro-insertion nickel ( $\varnothing=12,5\mu m$ )/aluminium à la force maximale de 400mN

L'analyse des courbes de la figure 7.1 ainsi que de toutes les autres courbes de micro-insertion est possible grâce d'une part aux mesures de dimensions des micro-inserts avant et après chaque test et d'autre part à la caractérisation de l'éventuelle empreinte résiduelle sur le film d'aluminium. Donc, des grandeurs relatives à la caractérisation des ces deux échantillons méritent d'être définies. Pour caractériser les micro-inserts, les variations de hauteur  $\Delta h$  et de diamètre  $\Delta d$  avant et après test sont mesurées. La variation de hauteur est obtenue en mesurant la hauteur initiale  $h_i$  (avant test) et finale  $h_f$  (après test) par profilométrie optique (résolutions théoriques verticale et latérale respectivement égales à 3nm et  $0,5\mu m$ ). L'expression de  $\Delta h$  est donnée par :

$$\Delta h = h_f - h_i \quad (7.1)$$

La représentation schématique du micro-insert avant et après test est donnée sur la figure 7.2. Elle explique qu'en fait la variation de hauteur est aussi égale à la somme de l'écrasement du micro-insert nommé  $h_{ecr}$  et de l'enfoncement de celui-ci



$\Delta h$  et à la profondeur moyenne  $h_{moy}$  de l’empreinte résiduelle sur le film d’aluminium. En effet  $h_r$  est le déplacement rémanent du système global puce de micro-insert de nickel/puce d’aluminium, donc il correspond  $\Delta h$  à laquelle est additionnée  $h_{moy}$  :

$$h_r = \Delta h + h_{moy} \quad (7.4)$$

Tests	$\Delta h(\mu m)$	$h_{moy}(\mu m)$	$\Delta h(\mu m) + h_{moy}(\mu m)$	$h_r(\mu m)$	erreur(%)
1	2,38	0,188	2,568	2,635	2,5
2	1,91	0,092	2,002	3,379	40,7
3	2,18	0,124	2,304	2,602	11,4
4	1,2	0,157	1,357	2,391	43,2
5	2	0,114	2,114	2,438	13,3

TAB. 7.2 – Comparaison entre le déplacement résiduel des courbes de la figure 7.1 et la variation de hauteur obtenue par caractérisation

La vérification expérimentale de la relation 7.4 est utilisée pour choisir les courbes exploitables de la figure 7.1. Le tableau 7.2 permet de résumer les différentes valeurs mesurées. A partir des résultats, seules les courbes présentant des erreurs inférieures à 15% pour la relation 7.4 sont retenues. Cette règle a été appliquée pour toutes les courbes présentées dans cette étude.

Après cette étude statistique, il est possible d’étudier l’influence de la force maximale sur la réponse du système micro-insert de nickel/puce d’aluminium à partir du plan d’expérience présenté dans le tableau 7.1.

## 7.2 Influence de la force maximale

L’étude de l’influence de la force maximale est réalisée sur les trois diamètres de micro-inserts de nickel. Les courbes obtenues pour les diamètres  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$  sont respectivement présentées sur les figures 7.3, 7.4 et 7.5. A niveau de force maximale donnée, les courbes montrent, lors des différentes étapes, des comportements similaires. C’est ce constat qui nous a poussé à étudier l’influence de la force maximale sur un seul diamètre de micro-insert : le diamètre  $6\mu m$ . Pour chaque courbe de la figure 7.3, quatre étapes essentielles peuvent être notées.

- D’abord, une étape de charge correspondant à une augmentation rapide de la force jusqu’à sa valeur maximale est constatée. Comparée aux courbes A1 et



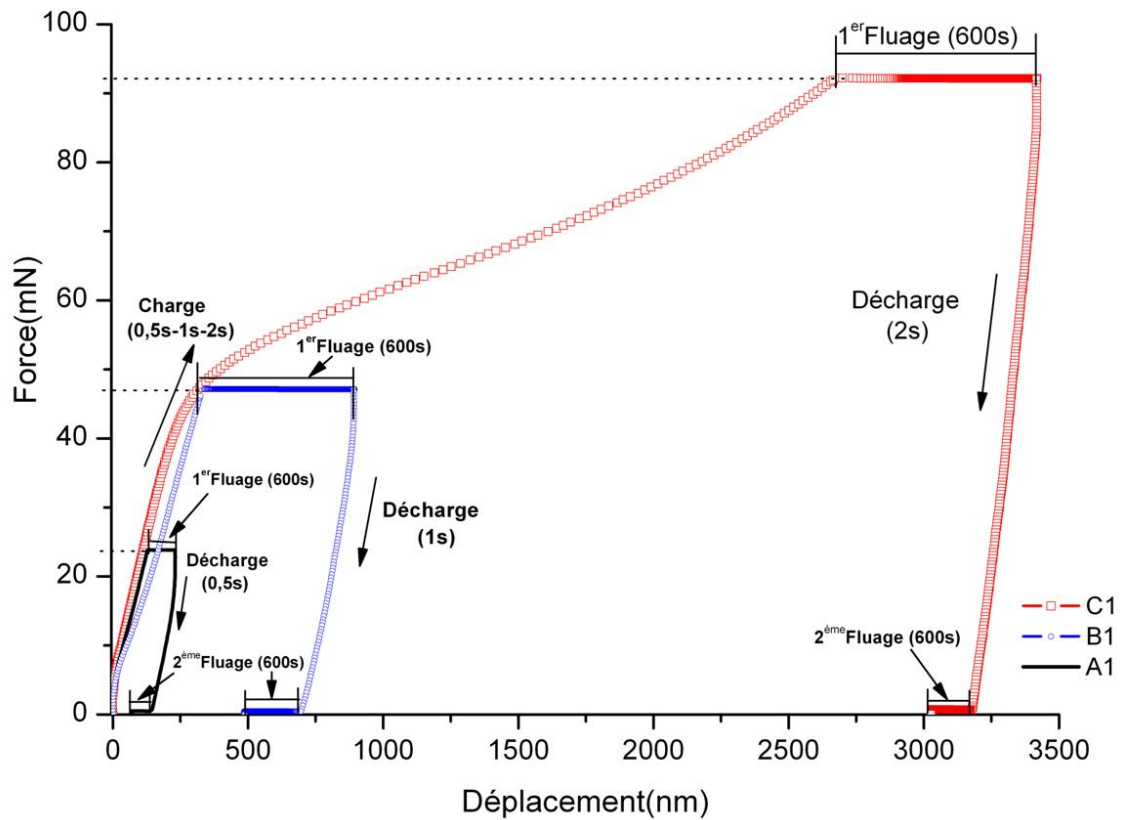


FIG. 7.3 – Courbes de micro-insertion nickel( $\varnothing=6\mu m$ )/aluminium à différentes forces maximales

B1, la courbe C1 représentant l'essai à la force maximale de 92mN montre un changement de pente lors de la charge.

- Ensuite, a lieu la première étape de fluage pendant laquelle le déplacement augmente lorsque la force maximale est maintenue constante. Cette étape est suivie d'une décharge qui représente le retrait partiel de la puce de micro-insert de la puce d'aluminium.
- Enfin, dans la dernière étape, le maintien de la force à une valeur constante montre une diminution du déplacement, cette étape est la deuxième étape de fluage. Elle est suivie du retrait complet de la puce de micro-insert.

Chacune de ces étapes représente le comportement global d'un système constitué de différentes couches de matériaux de propriétés mécaniques distinctes. Pour mieux dissocier la contribution de chaque étape dans le comportement global du système, d'autres tests reprenant les paramètres associés au diamètre  $6\mu m$  du tableau 7.1 sans la première étape de fluage à force maximale sont effectués (les tests seront appelés

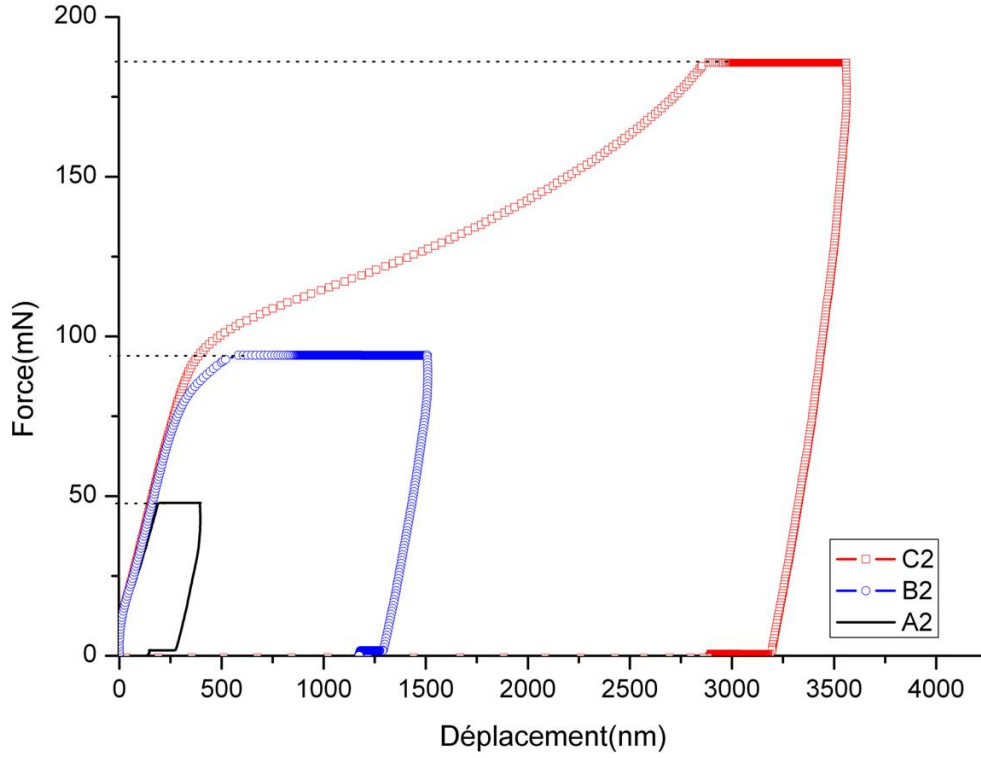


FIG. 7.4 – Courbes de micro-insertion de puce de nickel( $\varnothing=8,5\mu m$ )/aluminium à différentes forces maximales

A'1, B'1 et C'1). En effet, en comparant les courbes issues des tests A'1, B'1 et C'1 à celles de la figure 7.3, il est possible de connaître la part de déformations due au fluage à force maximale. Les six tests A1, B1, C1, A'1, B'1 et C'1 vont ensuite être confrontés aux différents modes de déformation du système puce de micro-insert de nickel/puce d'aluminium. Ceux-ci peuvent être réparties dans trois zones différentes (figure 7.6). La première zone (zone I) est localisée à la base du micro-insert où des déformations peuvent se produire en fonction de la force maximale utilisée. Dans ce cas,  $h_{enf}$  est la valeur de l'enfoncement final. Ensuite, la deuxième zone (zone II) concerne le micro-sert de nickel dont les déformations sont analysées en mesurant les variations de diamètre  $\Delta d$  et de hauteur caractérisée par son écrasement  $h_{ecr}$ . Enfin, le film d'aluminium est également le siège de déformations (zone III) qui pourront être visibles, si elles sont plastiques, par observation au microscope électronique à balayage.

Dans ce qui suit, les valeurs de  $\Delta d$ ,  $\Delta h$ ,  $h_{ecr}$ ,  $h_{enf}$  et la présence d'empreinte résiduelle seront confrontées aux courbes des six tests effectués afin d'analyser pour chaque force maximale les déformations des trois zones précédemment définies.

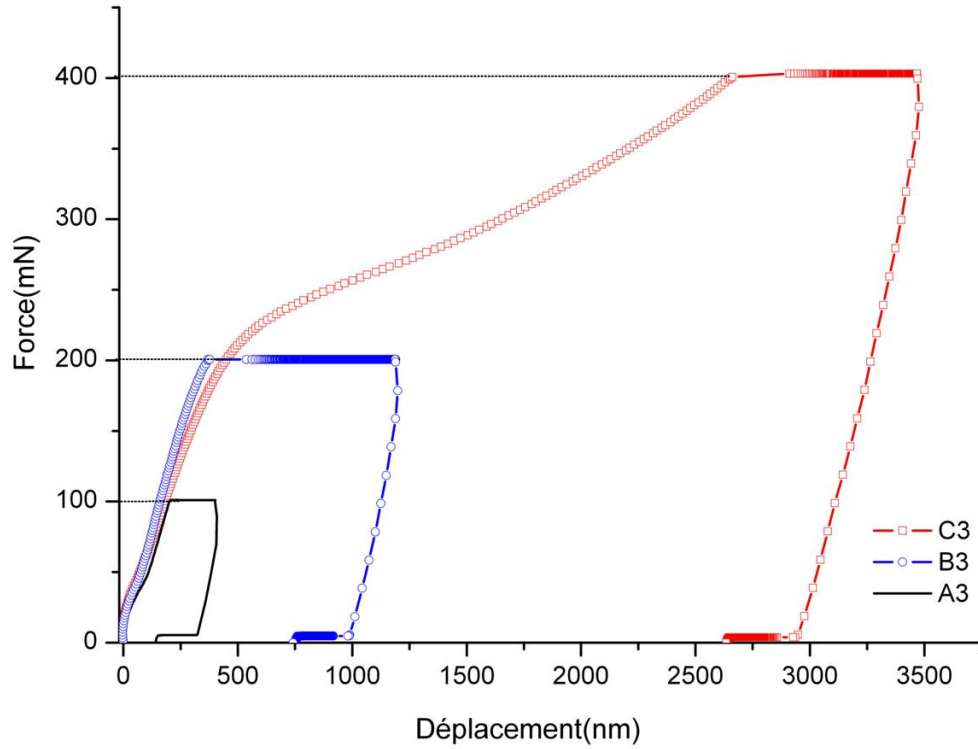


FIG. 7.5 – Courbes de micro-insertion nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/aluminium à différentes forces maximales

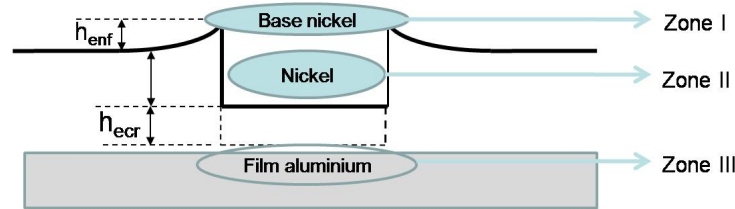


FIG. 7.6 – Différentes zones de déformation du système puce de micro-insert de nickel/puce aluminium

### 7.2.1 Tests à faible force maximale

Les courbes issues des tests A1 et A'1 représentatives respectivement des tests avec et sans fluage à force maximale de 23mN sont représentées sur la figure 7.7. La courbe issue du test A'1 montre un déplacement supplémentaire de 33nm à la force maximale alors qu'aucune étape de maintien de la force n'est effectuée. Ce déplacement supplémentaire dure 300ms qui correspond au temps de réponse du nanoindenteur pour passer d'une consigne à une autre. Cet effet diminue lorsqu'on diminue la vitesse de charge lors de la micro-insertion. Par conséquent, toutes les courbes

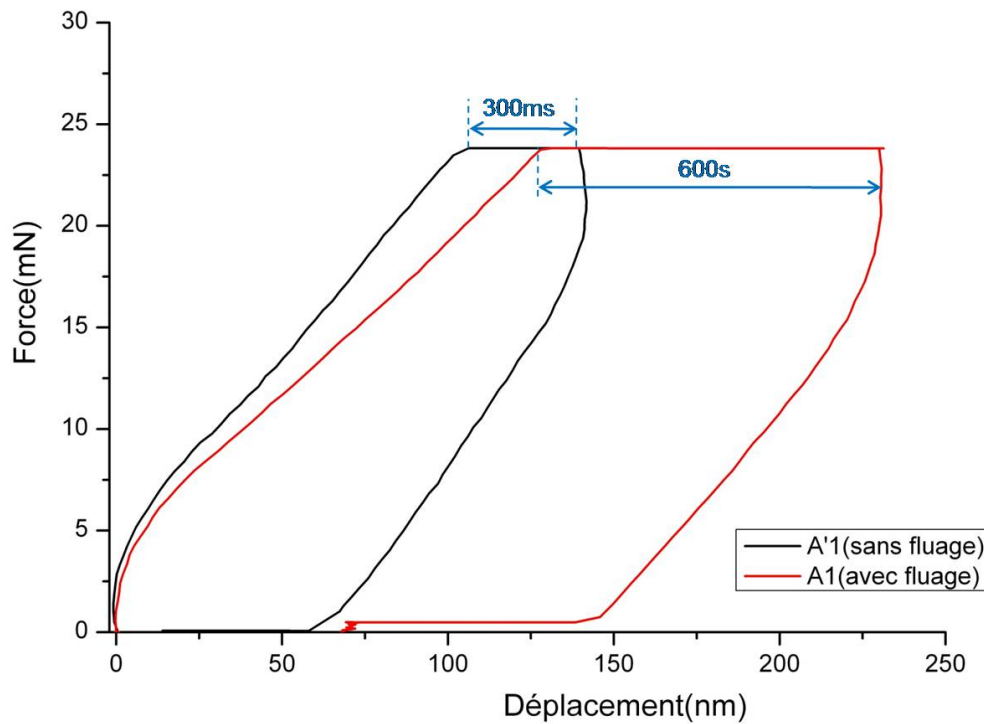


FIG. 7.7 – Comparaison des courbes avec et sans fluage à force maximale de 23mN,  $\varnothing=6\mu m$

exemples de première étape de fluage issues des tests A'1, B'1 et C'1 présentent cet effet. Un autre effet dépendant également de la vitesse de charge constaté sur les courbes de micro-insertion concerne la forte raideur observée en début de charge. Le tableau 7.3 résume les différentes valeurs de dimensions obtenues par caractérisation pour les deux tests considérés. A partir de ce tableau, l'analyse des déformations affectées à chaque zone est effectuée. Le tableau 7.3 montre une absence de varia-

Tests	$\pm 0,36 (\mu m)$	$\pm 0,1 (\mu m)$	$\pm 0,15 (\mu m)$	$\pm 0,25 (\mu m)$	Présence empreinte	$h_{moy}$ (nm)
A'1(sans fluage)	0,01	0,01	-	-	non	-
A1(fluage)	0,09	0,01	-	-	oui	-

TAB. 7.3 – Récapitulatif de la caractérisation des échantillons avant et après test pour une force maximale de 23mN,  $\varnothing=6\mu m$

tions de diamètres et de hauteurs de micro-insert dans les deux types de test, ce qui permet d'affirmer que les déformations du micro-insert et de sa base durant toute la phase de micro-insertion sont purement élastiques. La différence majeure entre les deux tests se situe dans le fait qu'une empreinte résiduelle est observée dans le film

d'aluminium pour le test A1. Donc, il s'est produit une déformation élastoplastique du film d'aluminium durant la phase de fluage à force maximale. L'empreinte de diamètre proche de  $6\mu m$  et le profil correspondants sont montrés sur la figure 7.8. Cette empreinte montre une alternance de zones ayant subi des déformations plas-

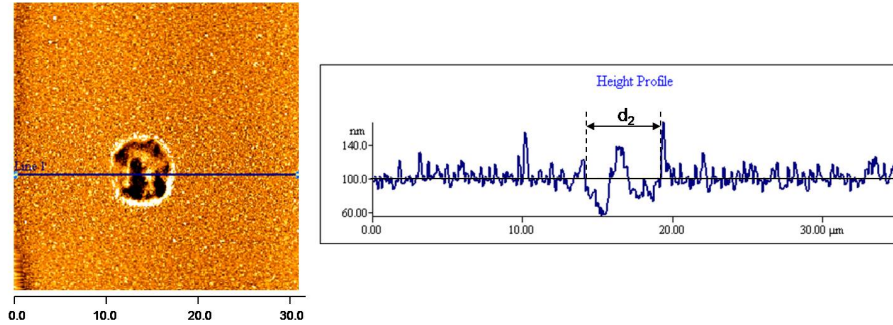


FIG. 7.8 – Empreinte résiduelle sur le film d'aluminium et son profil à la force maximale de 23mN,  $\varnothing=6\mu m$

tiques et élastiques. La forme de l'empreinte semble reproduire les macro-rugosités de la surface du micro-insert avec lequel le film d'aluminium a été au préalable en contact.

### 7.2.2 Tests à moyenne force maximale

La figure 7.9 montre les courbes obtenues à la force maximale de 46mN pour les deux types de test avec et sans fluage (respectivement notés B1 et B'1). Les résultats de la caractérisation des échantillons avant et après test correspondants aux courbes de la figure 7.9 sont présentés dans le tableau 7.4. Celui-ci montre

Tests	$ \Delta d $ $\pm 0,36 (\mu m)$	$ \Delta h $ $\pm 0,1 (\mu m)$	$ h_{ecr} $ $\pm 0,15 (\mu m)$	$ h_{enf} $ $\pm 0,25 (\mu m)$	Présence empreinte	$h_{moy}$ (nm)
B'1(sans fluage)	0,05	0,09	0,07	0,02	non	-
B1(fluage)	0,06	0,33	0,07	0,26	oui	60

TAB. 7.4 – Récapitulatif de la caractérisation des échantillons avant et après test pour une force maximale de 46mN,  $\varnothing=6\mu m$

une variation négligeable des diamètres du micro-insert de nickel donc son écrasement peut être considéré comme négligeable. Pendant les tests, ce micro-insert de nickel est en régime de déformation élastique lors de la charge. Une variation de hauteur est mesurée pour le cas du test B1 et elle peut être attribuée à un début d'enfoncement de 260nm du micro-insert dans sa base. Donc, durant la phase de

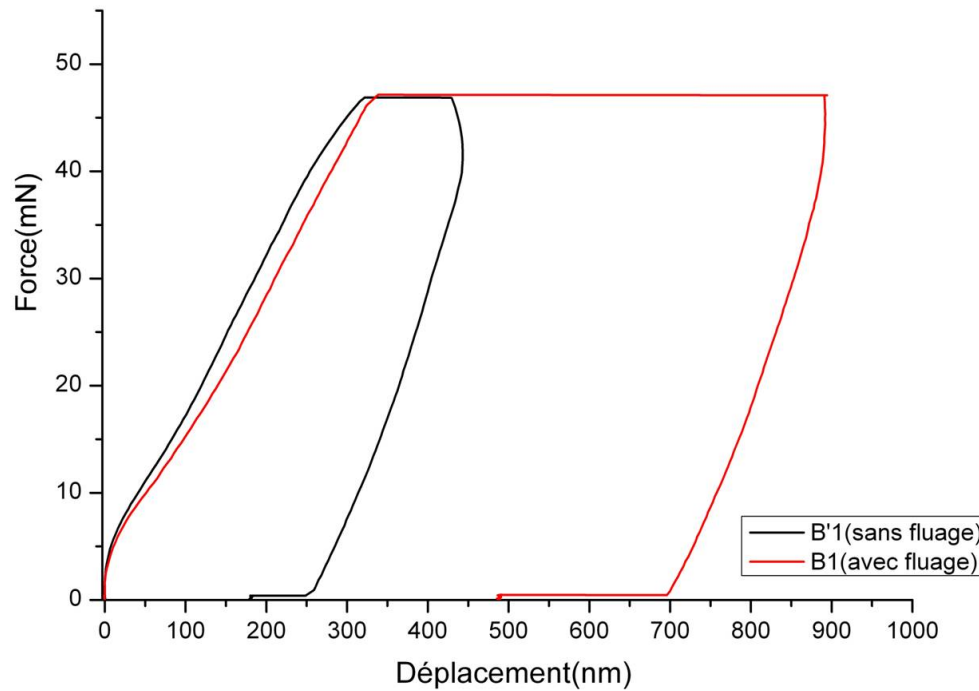


FIG. 7.9 – Comparaison des courbes avec et sans fluage à force maximale de 46mN,  $\varnothing=6\mu m$

fluage à force maximale, un début de déformation élastoplastique a lieu à la base du micro-insert. Par ailleurs, l'absence d'empreinte lors du test B'1 montre que le film d'aluminium est en régime de déformation élastique lors de la charge et que la déformation élastoplastique du film d'aluminium s'est produite pendant le fluage à force maximale. L'empreinte et le profil obtenu sont présentés sur la figure 7.10. Une

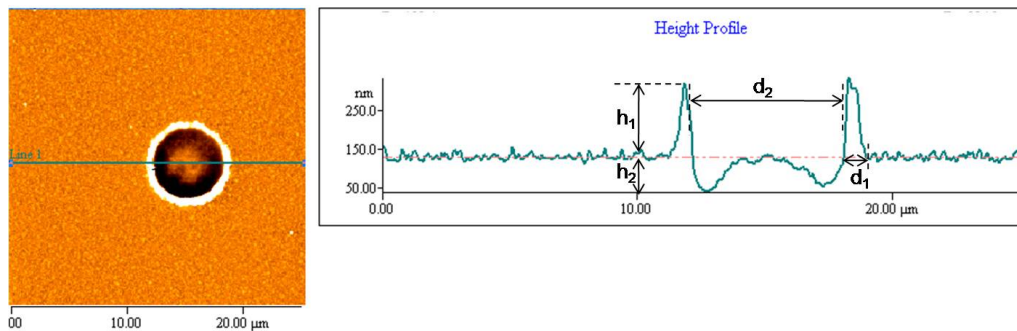


FIG. 7.10 – Empreinte résiduelle sur le film d'aluminium et son profil à la force maximale de 46mN,  $\varnothing=6\mu m$

déformation plus importante est visible sur le contour intérieur de l'empreinte vers

les bords du micro-insert. En effet plusieurs travaux montrent que lors d'un contact entre un corps cylindrique et un espace semi-infini, les contraintes sont maximales aux bords du micro-insert [64][77] (voir annexe 3). Il est également constaté que la profondeur d'empreinte est nulle au centre de l'empreinte. En outre, il est à noter que la déformation plastique du film d'aluminium provoque un bourrelet visible sur le contour extérieur de l'empreinte. La formation du bourrelet est une caractéristique des métaux et alliages pour lesquels le rapport module de Young sur dureté  $E/H$  est grand. Dans le cas des céramiques ou des polymères pour lesquels  $E/H$  est petit, un affaissement du matériau est constaté [78]. Les mesures de propriétés mécaniques que nous avons effectuées par la méthode dynamique sur le film d'aluminium donnent un rapport  $E/H$  égal à 315. Cette valeur comparée au rapport de 9 obtenu pour la silice fondue, un matériau qui ne présente aucun bourrelet lors d'indentation, justifie la présence de bourrelet sur le film d'aluminium utilisé. Des mesures du volume de matière manquant dans la partie intérieure de l'empreinte et de matière formant le bourrelet ont été réalisées. Pour l'empreinte présentée ici, le volume de matière enlevé est de  $3,41\mu m^3$  tandis que le volume du bourrelet est égal à  $3,76\mu m^3$  ce qui permet de vérifier la conservation de volume de matière déplacée.

### 7.2.3 Tests à forte force maximale

Concernant l'étude à force maximale de 92mN, les courbes de micro-insertion sont représentées sur la figure 7.11. La faible raideur de contact notée pour le test C'1 pourrait être expliquée par un désalignement lors de la mise en contact du micro-insert de nickel et de la puce d'aluminium. Le décalage engendré se répercute tout au long de la micro-insertion. Cela n'a pas d'influence majeure sur l'analyse de résultats. Comme pour les deux études précédentes, le tableau 7.5 rassemble les résultats de caractérisation avant et après chaque test. Une variation de diamètre

Tests	$ \Delta d $ $\pm 0,36 (\mu m)$	$ \Delta h $ $\pm 0,1 (\mu m)$	$ h_{ecr} $ $\pm 0,15 (\mu m)$	$ h_{enf} $ $\pm 0,25 (\mu m)$	Présence empreinte	$h_{moy}$ (nm)
C1'(sans fluage)	0,7	1,54	0,81	0,73	oui	224
C1(fluage)	1,31	2,34	1,63	0,71	oui	279

TAB. 7.5 – Récapitulatif de la caractérisation des échantillons avant et après test pour une force maximale de 92mN,  $\varnothing=6\mu m$

est constatée pour les deux tests, ce qui veut dire que l'écrasement des micro-inserts lors de la micro-insertion est important. Cette variation est presque deux fois plus importante pour le test C1 comparé au test C'1 à cause de l'étape de fluage réalisée à

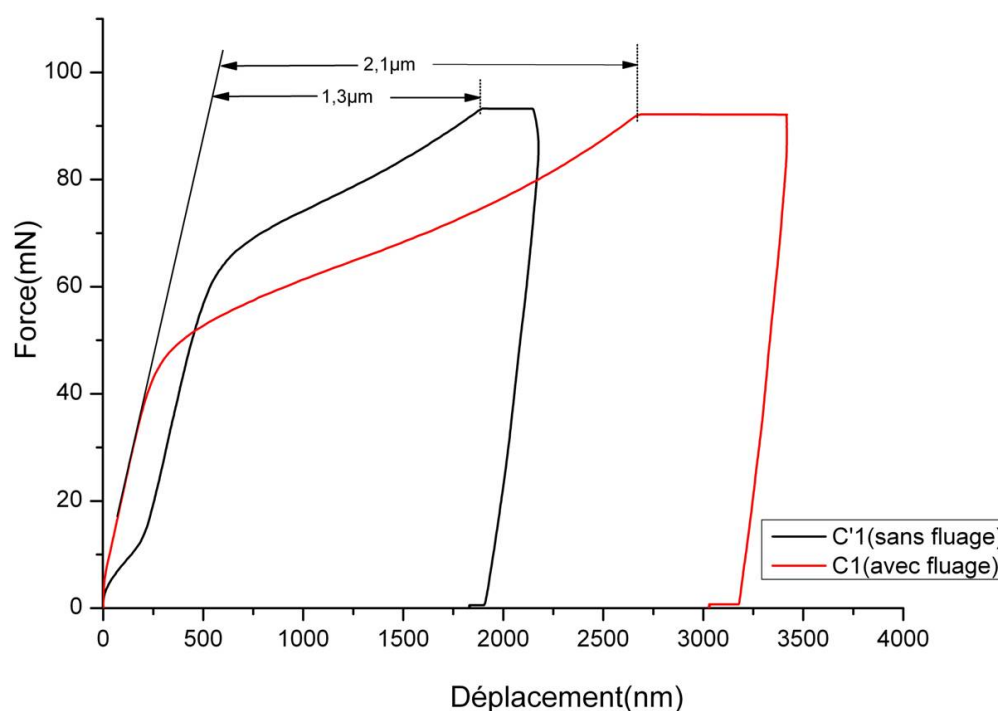


FIG. 7.11 – Comparaison des courbes avec et sans fluage à force maximale de 92mN,  $\varnothing=6\mu m$

force maximale. Une variation de hauteur des micro-inserts est également notée. Elle est plus importante pour le test C1 à cause du fluage. Cette variation de hauteur est due à deux contributions presque égales pour le test C'1. L'une des contributions est l'écrasement du micro-insert tandis que l'autre représente l'enfoncement du micro-insert dans sa base. Les images obtenues au microscope électronique à balayage et les extraits des profils des micro-inserts avant et après les deux tests montrant l'écrasement et l'enfoncement des micro-inserts sont présentés sur la figure 7.12. L'enfoncement des micro-inserts est confirmé par la formation d'un bourrelet à la base de chaque micro-insert après tests. Pour le test C1, l'écrasement est au moins deux fois plus important que l'enfoncement. Les valeurs d'enfoncement mesurées dans les deux tests sont sensiblement égales, ce qui veut dire que l'enfoncement n'évolue guère pendant le fluage à force maximale car il reste peu d'aluminium entre la surface du micro-insert et le substrat de silicium oxydé. En comparant les résultats des tests C1 et C'1, il est constaté que la moitié de l'écrasement du micro-insert a lieu lors de la phase de fluage. La variation de hauteur des micro-inserts mesurée est visible sur la courbe de micro-insertion. Elle correspond à la diminution de la pente de la courbe de charge à partir de la force 46mN pour le test C1 et



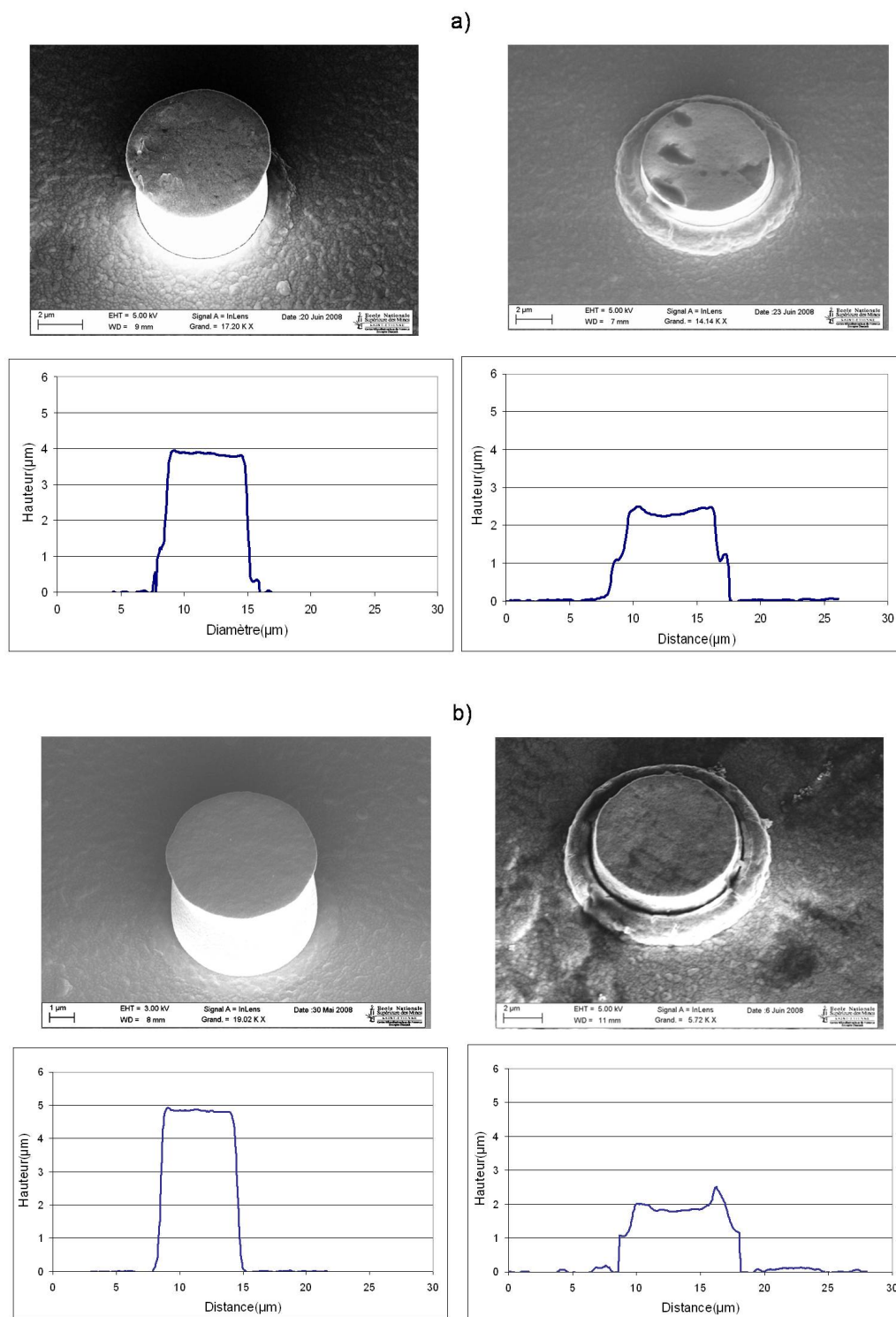


FIG. 7.12 – Micrographie des micro-inserts et extraits de leur profil respectif avant et après tests : a) test C'1 et b) test C1,  $\varnothing=6\mu\text{m}$

65mN pour le test C'1. Les déplacements plastiques mesurés sur les courbes de micro-insertion durant cette phase de déformation pour les tests C'1 et C1 sont respectivement égaux à  $1,3\mu m$  et  $2,1\mu m$ . Ces valeurs sont sensiblement égales aux variations de hauteurs correspondantes  $\Delta h$  mesurées (tableau 7.5). Par ailleurs,

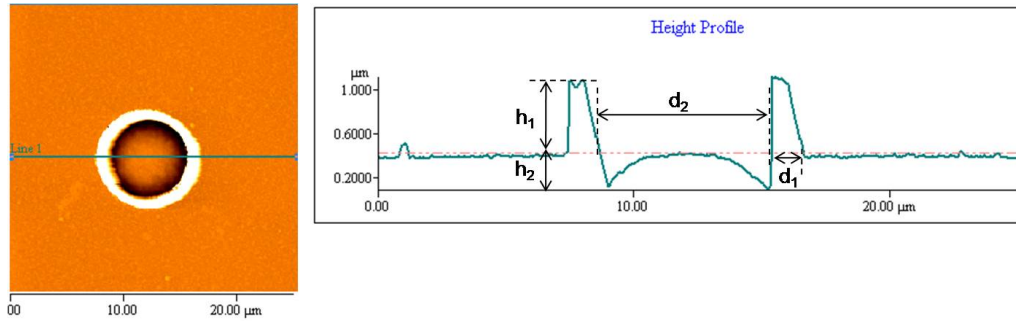


FIG. 7.13 – Empreinte résiduelle sur le film d'aluminium et son profil issue du test C1,  $\varnothing=6\mu m$

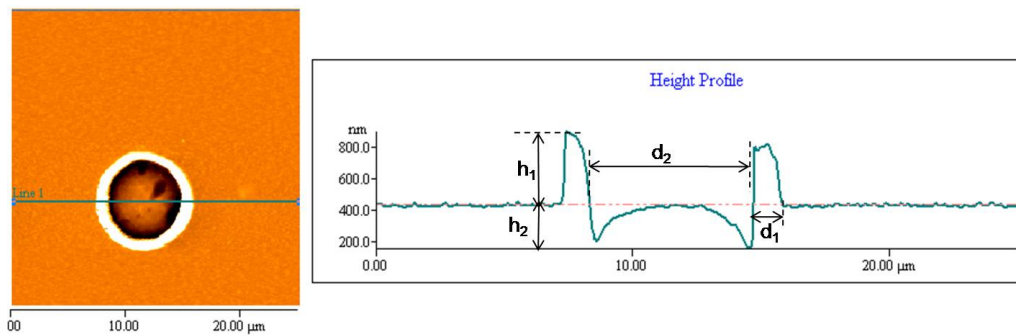


FIG. 7.14 – Empreinte résiduelle sur le film d'aluminium et son profil issue du test C'1,  $\varnothing=6\mu m$

des empreintes de profils semblables sont observées pour les tests C1 et C'1 (figures 7.13 et 7.14). Cependant, la profondeur moyenne  $h_{moy}$  de l'empreinte issue du test C'1 est inférieure à celle issue du test C1 à cause du fluage. L'empreinte observée (figure 7.13) montre des ressemblances avec l'empreinte issue du test B1 à quelques différences près si la forme du profil est explorée en détail. D'abord, le sommet du bourrelet dans le test B1 est pointu tandis que celui du test C1 est arrondi car la quantité de matière d'aluminium déplacée est logiquement supérieure dans ce dernier cas. Ensuite, les zones situées sur le contour intérieur d'empreinte correspondant au maximum d'enfoncement présentent une forme en "U" dans le cas du test B1 alors que la forme observée dans le cas du test C1 est en "V". Enfin, le centre du profil

présente une forme convexe plus lisse dans le cas du test C1 que celui du test B1 où l'effet des macro-rugosités présentes à la surface du micro-cylindre est encore visible. Pour analyser les empreintes observées, les dimensions telles que la hauteur du bourrelet, sa largeur, le diamètre intérieur de l'empreinte ainsi que la profondeur maximale sur le contour intérieur sont extraites et respectivement notées  $h_1$ ,  $d_1$ ,  $d_2$  et  $h_2$ . Ces dimensions ne sont pas constantes sur toute la totalité de l'empreinte. Cela peut avoir pour origine le désalignement des surfaces en contact et la forme de la surface supérieure du micro-insert, qui peut ne pas être parfaitement plane. De ce fait, les valeurs de dimensions présentées sont obtenues en faisant la moyenne de quatre profils différents de l'empreinte. Ces valeurs, pour les trois types de forces où des empreintes sont visibles sont présentées dans le tableau 7.6. Ce tableau montre

Tests	$h_1(nm)$	$h_2(nm)$	$d_1(\mu m)$	$d_2(\mu m)$
A1 (23mN-fluage)	x	x	x	5,9
B1 (46mN-fluage)	187,7	96,1	0,8	6,0
C'1 (92mN-sans fluage)	416,3	242,5	0,9	6,4
C1 (92mN-fluage)	655,9	347,2	1,2	6,7

TAB. 7.6 – Récapitulatif des mesures d'empreintes résiduelles à différentes forces maximales,  $\varnothing=6\mu m$

une augmentation des dimensions du bourrelet avec la force maximale. A la faible force maximale de 23mN, l'absence de bourrelet est observée. Aux moyennes et fortes forces maximales, la hauteur de bourrelet et sa largeur augmentent avec la force. Le diamètre intérieur de l'empreinte reste égal au diamètre initial de micro-insert lorsque la force est inférieure à 46mN. A la force maximale de 92mN, le diamètre intérieur de l'empreinte devient supérieur au diamètre initial de micro-insert à cause de l'écrasement de ce dernier. Cependant, les diamètres mesurés à cette force sont environ 9% inférieures aux diamètres de micro-inserts mesurées après tests. Ceci montre qu'un recouvrement de déformation suivant les axes du plan de la surface du film d'aluminium a lieu lors du retrait du micro-insert.

En considérant les résultats présentés ci-dessus, il est possible de proposer un scénario expliquant la déformation du système puce de micro-insert de nickel/puce d'aluminium.

Dans un premier temps, en faisant abstraction des étapes de fluage à force maximale, pour des forces de micro-insertion inférieures à 46mN, le régime de déformation dominant est élastique dans le film d'aluminium, le micro-insert de nickel et la base du micro-insert. A partir de 46mN jusqu'à la force de 92mN, ces trois zones subissent une déformation élastoplastique caractérisée par l'écrasement et l'enfoncement dans

sa base du micro-insert de nickel ainsi que la présence d’empreinte dans le film d’aluminium. Ce scénario est certainement influencé par le temps de charge rapide. Pour connaître son impact sur la déformation, un test sans fluage à force maximale de 46mN pendant un temps de charge  $t_{ch}$  de 40s a été effectué. La courbe ainsi obtenue (notée B"1) est tracée sur la figure 7.15 en comparaison avec la courbe issue du test B'1 réalisé à la même force et à un temps de charge de 1s. En résumant

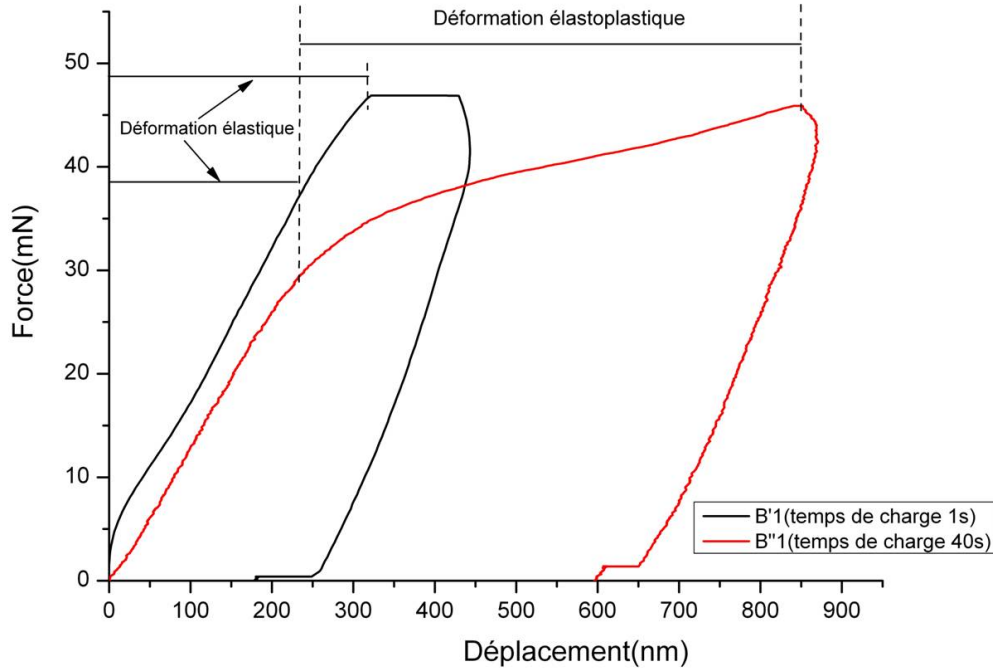


FIG. 7.15 – Courbes de micro-insertion sans fluage à différents temps de charge et à force maximale de 46mN,  $\varnothing=6\mu m$

Tests	$ \Delta d $ $\pm 0,36 (\mu m)$	$ \Delta h $ $\pm 0,1 (\mu m)$	$ h_{ecr} $ $\pm 0,15 (\mu m)$	$ h_{enf} $ $\pm 0,25 (\mu m)$	Présence empreinte	$h_{moy}$ (nm)
B'1( $t_{ch} = 1s$ )	0,05	0,09	0,07	0,02	non	-
B"1( $t_{ch} = 40s$ )	0,05	0,6	0,08	0,52	oui	104

TAB. 7.7 – Récapitulatif de la caractérisation des échantillons avant et après tests sans fluage à différents temps de charge pour une force maximale de 46mN,  $\varnothing=6\mu m$

dans le tableau 7.7 les résultats de la caractérisation des deux tests, il est possible de constater qu’une déformation élastoplastique s’est produite dans le cas du test B"1 sur la puce d’aluminium (voir empreinte sur la figure 7.16) et à la base du micro-insert (voir bourrelet figure 7.17-b). Donc dans le cas d’une charge rapide, la déformation plastique n’a pas le temps de s’établir et lorsque le temps de charge est

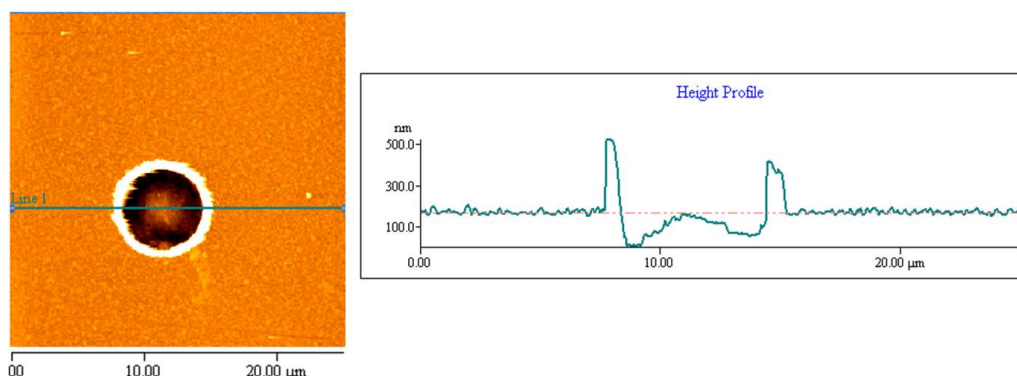


FIG. 7.16 – Empreinte résiduelle sur le film d'aluminium et son profil à la force maximale de 46mN pour un temps de charge de 40s,  $\varnothing=6\mu m$

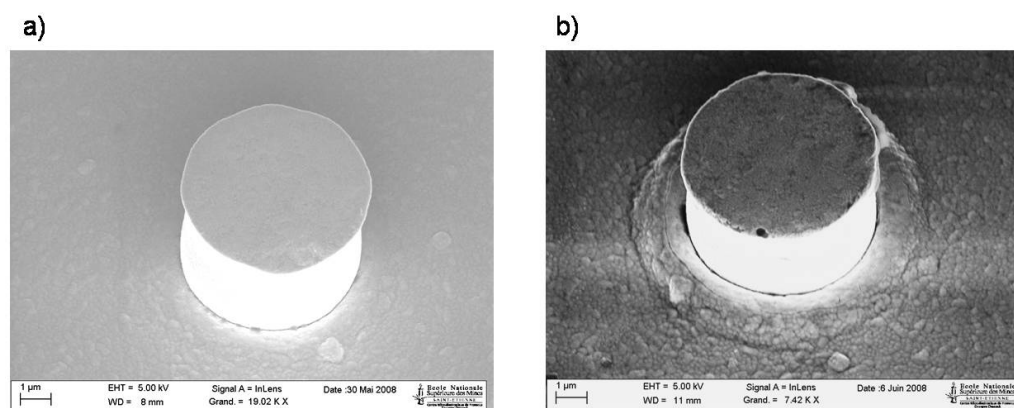


FIG. 7.17 – Images du micro-insert du test B" : a) avant test et b) après test,  $\varnothing=6\mu m$

suffisamment lent pour qu'elle se produise, c'est l'aluminium de part et d'autre du nickel qui atteint le régime plastique en premier. Ce constat est normal puisque les limites d'élasticité de l'aluminium et du nickel en films minces sont respectivement estimés à 120MPa et 530MPa [79].

Dans un deuxième temps, un scénario de déformation prenant en compte les étapes de fluage à force maximale est le suivant. A la force de micro-insertion de 23mN, le micro-insert et sa base sont en déformation élastique, seul le film d'aluminium est en déformation élastoplastique pendant le fluage. L'aluminium à la base du micro-insert n'a pas subi de déformation plastique. Ceci est certainement dû à la présence du film de cuivre à la base du micro-insert qui répartit les contraintes dans l'aluminium sous-jacent. A la force de micro-insertion de 46mN, la base du micro-insert et le film d'aluminium sont en régime de déformation élastoplastique

tandis que le micro-insert se déforme élastiquement. Le fluage à 92mN accentue l'écrasement du micro-insert alors que l'enfoncement du micro-insert dans sa base ainsi que la pénétration du micro-insert dans l'aluminium varient peu du fait de la présence des substrats. Le bilan des observations expérimentales est montré figure 7.18 qui propose un scénario global pour les déformations des différents composants du système en fonction de la force maximale.

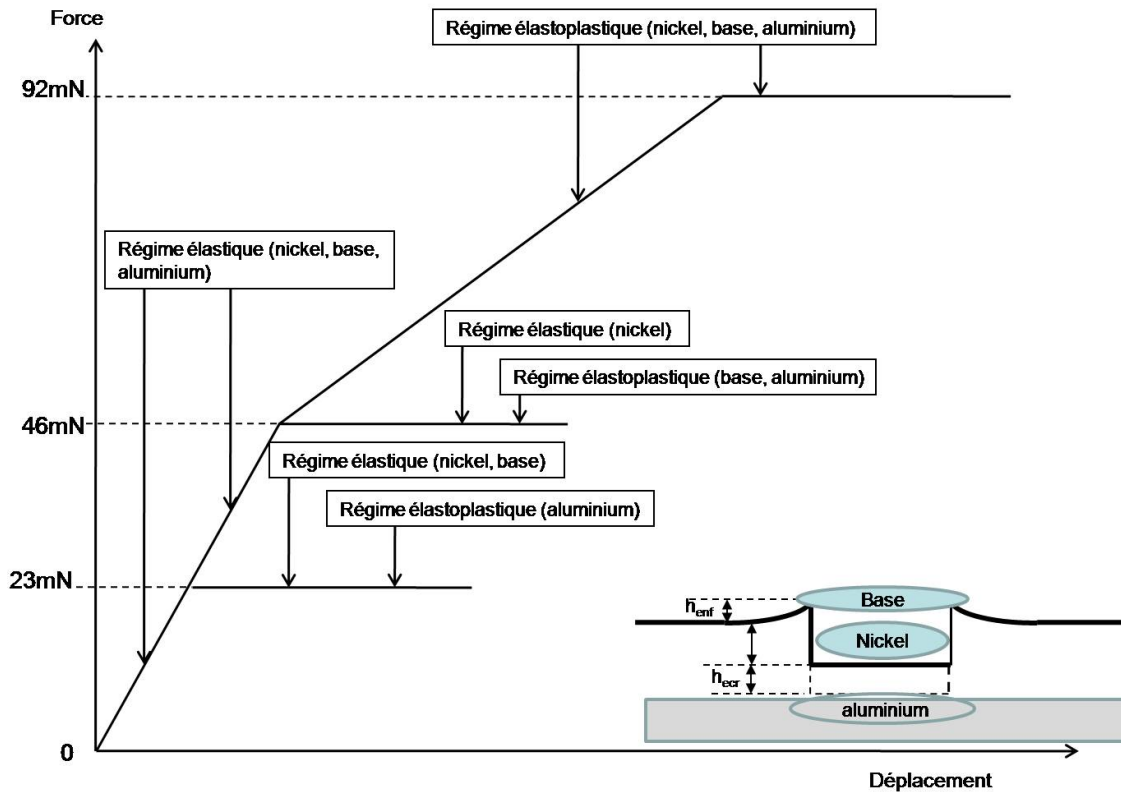


FIG. 7.18 – Scénario de déformations du système puce de micro-insert de nickel ( $\varnothing=6\mu m$ )/puce d'aluminium en fonction de la force

#### 7.2.4 Analyse de la déformation élastoplastique de l'aluminium à l'interface de contact

A l'aide du modèle décrit dans l'annexe 3 donnant la répartition des contraintes élastiques à l'interface de contact entre un plot cylindrique de nickel et un substrat d'aluminium, on montre que la contrainte normale à l'interface de contact est maximale au bord du plot. Ceci permet de comprendre la forme des empreintes relevées dans le film d'aluminium. En effet, dans un modèle simple on comprend que

dans l'aluminium, la déformation plastique à l'interface de contact apparaîtra tout d'abord au bord du micro-insert en définissant une couronne en régime de déformation plastique et un disque en régime de déformation élastique au centre de la surface de contact. La frontière entre les deux zones est définie par le rayon  $R$ .

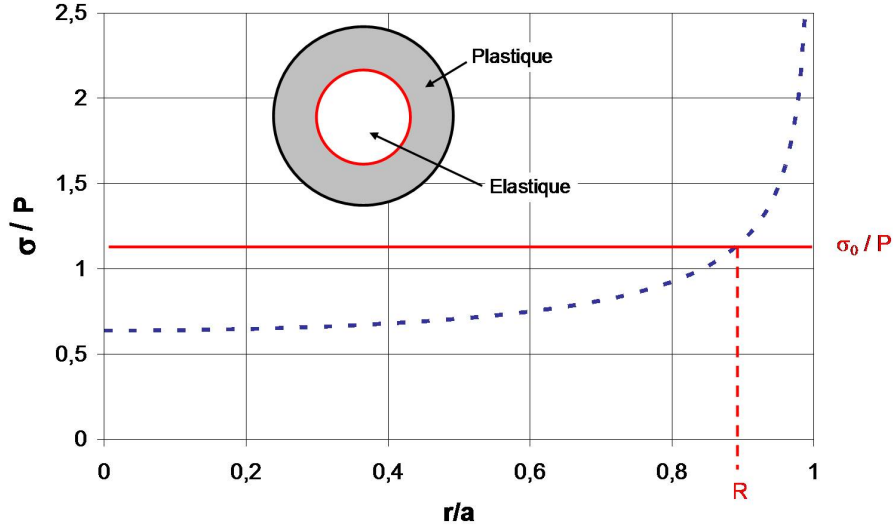


FIG. 7.19 – Répartition de la contrainte normale à l'interface de contact entre un plot cylindrique de nickel et un substrat d'aluminium en régime de déformation élastique

Pour un plot cylindrique de nickel de rayon  $a$  mis en contact avec un substrat d'aluminium avec une force  $F$ , la pression moyenne à l'interface est  $P = F/\pi a^2$ . Le rayon  $R$  de la zone en déformation élastique correspond à l'endroit où la contrainte normale  $\sigma$  à l'interface de contact atteint la limite d'élasticité  $\sigma_0$  de l'aluminium. Nous pouvons alors calculer les deux bornes suivantes à l'aide de modèles très simples (figure 7.19) :

- une borne supérieure de  $R$  en choisissant un module tangent identique au module de Young. Le profil de contrainte est alors indépendant de la plastification.
- une borne inférieure de  $R$  en choisissant un modèle élastique parfaitement plastique. La valeur de la contrainte ne dépasse alors jamais la limite d'élasticité.

Dans le premier modèle, on écrit simplement que la contrainte  $\sigma$  vaut  $\sigma_0$  en  $s = R$ . Les formules de l'annexe 3 nous permettent d'écrire l'expression suivante :

$$\frac{P}{\sigma_0} = \frac{(1 - R^2/a^2)^\lambda}{1 - \lambda} \quad (7.5)$$

Dans le second modèle, il faut recalculer le coefficient de proportionnalité  $\alpha$  de l'annexe 3 en intégrant la contrainte le long de l'interface. En effet, il faut tenir compte du fait que  $\sigma = \sigma_0$  lorsque  $s > R$ . On obtient :

$$\alpha = \frac{1 - \lambda}{1 - (1 - R^2/a^2)^{1-\lambda}} \left( 1 - \frac{\sigma_0}{P} (1 - R^2/a^2) \right) \quad (7.6)$$

Ceci nous permet d'écrire la répartition suivante de la contrainte à l'interface lorsque  $s < R$  :

$$\sigma = \frac{1 - \lambda}{1 - (1 - R^2/a^2)^{1-\lambda}} \frac{P - \sigma_0(1 - R^2/a^2)}{(1 - s^2/a^2)^\lambda} \quad (7.7)$$

En écrivant maintenant que  $\sigma(R) = \sigma_0$ , on obtient une expression analogue à celle obtenue pour le premier modèle :

$$\frac{P}{\sigma_0} = \frac{(1 - R^2/a^2)^\lambda - \lambda(1 - R^2/a^2)}{1 - \lambda} \quad (7.8)$$

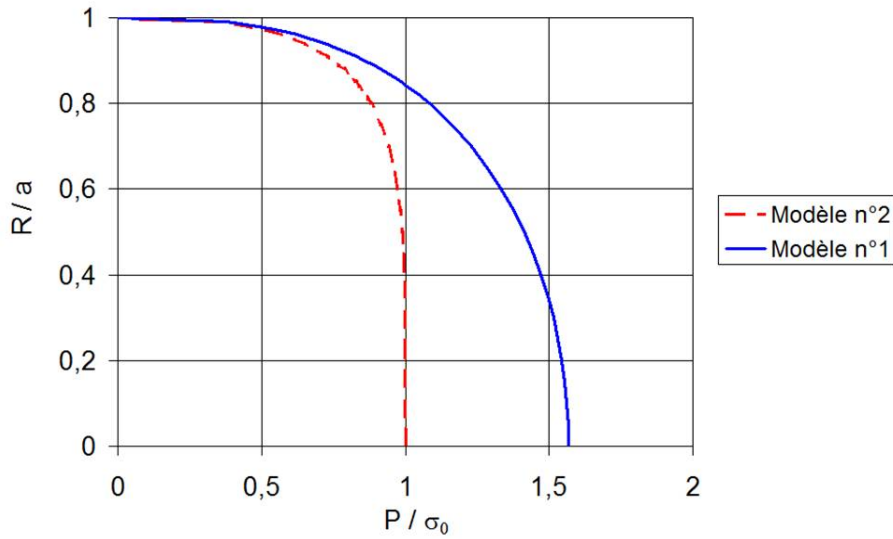


FIG. 7.20 – Evolution de  $R/a$  en fonction de  $P/\sigma_0$  pour les deux modèles utilisés

Les courbes correspondant aux relations 7.5 et 7.8 sont représentées dans la figure 7.20. La dureté du film d'aluminium mesurée au nanoindenteur est de 0,7GPa (cf annexe 2), soit une limite d'élasticité estimée à 233MPa. Les tests mécaniques ont été effectués pour chacun des diamètres à des forces maximales correspondant aux trois pressions moyennes suivantes : 0,8, 1,6 et 3,2GPa, soit des rapports  $P/\sigma_0$  suivants : 3,43, 6,86 et 13,73. On constate que ces valeurs sont très supérieures à la limite



fournie par les deux modèles, ce qui laisserait penser que la totalité de l'interface a plastifié. Cependant, l'analyse au microscope à force atomique des empreintes laissées dans l'aluminium montre que le centre de l'empreinte reste au niveau de la surface du film après l'essai d'insertion. On en déduit que les modèles simples que nous avons utilisés ne prennent pas en compte la complexité de l'écoulement de la matière sous l'interface.

Il est évident que l'hypothèse de contraintes uniaxiales de nos modèles n'est pas satisfaite. Dans ce cas, nous proposons une hypothèse d'écoulement. Durant la micro-insertion dans l'aluminium, se produit un transport latéral de matière selon deux directions privilégiées à cause de la compression du film d'aluminium par deux matériaux de plus fortes duretés (le micro-insert de nickel d'un côté et le substrat de silicium oxydé de l'autre). Une direction orientée vers l'extérieur du contact correspondant à la présence du bourrelet et l'autre vers l'intérieur du contact. Il en résulte

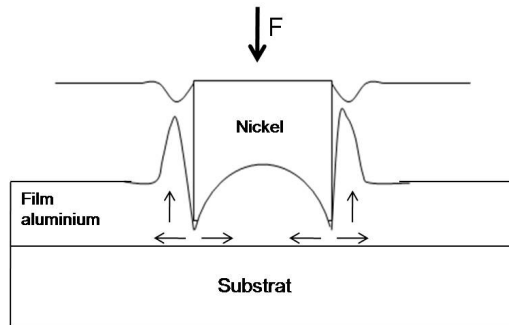


FIG. 7.21 – Représentation schématique de l'écoulement de matière dans le film d'aluminium lors de la micro-insertion

une accumulation de matière qui exerce une pression au centre du micro-insert de nickel. Ceci est cohérent avec la forme concave de sa surface supérieure comme le montre le profil après test présenté sur la figure 7.12.

### 7.3 Influence du diamètre de micro-insert

Dans cette partie, une étude de l'influence du diamètre de micro-insert sur la profondeur maximale d'empreinte résiduelle  $h_2$ , l'écrasement du micro-insert  $h_{ecr}$  et l'enfoncement de ce dernier dans sa base  $h_{enf}$  est réalisée.

### 7.3.1 Influence du diamètre sur la profondeur maximale d'empreinte

L'évolution de la profondeur maximale  $h_2$  d'empreinte mesurée sur le film d'aluminium en fonction du diamètre et de la force maximale est présentée sur la figure 7.22. Une augmentation de la profondeur maximale avec la force maximale est

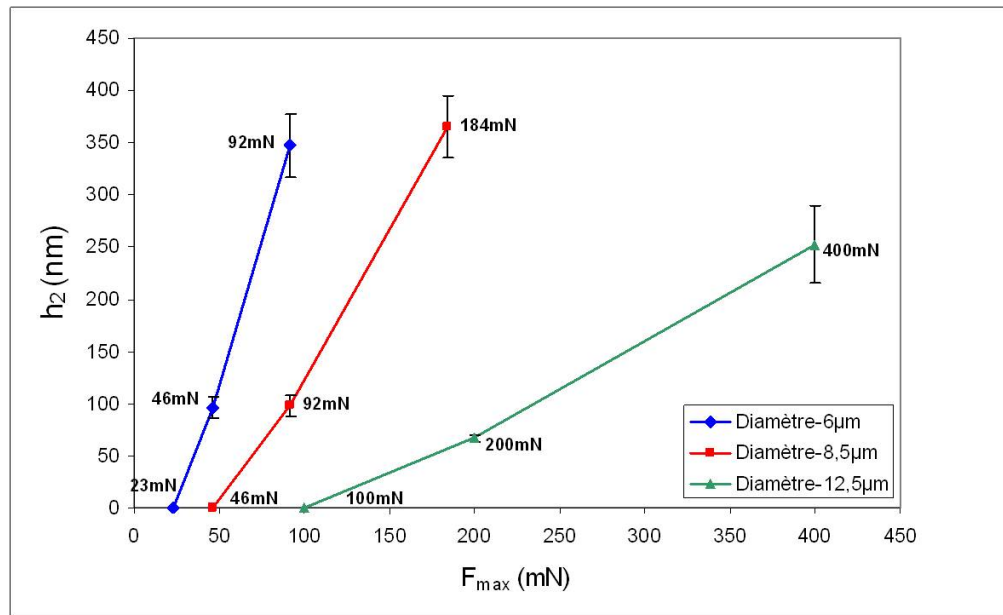


FIG. 7.22 – Influence du diamètre de micro-insert sur la profondeur maximale d'empreinte résiduelle

constatée pour chaque type de diamètre. Aux faibles forces maximales,  $h_2$  n'est pas mesurable car les déformations plastiques enregistrées sur le film d'aluminium sont aléatoirement réparties et dépendent de la distribution des macro-rugosités sur les surfaces des micro-inserts. A moyennes et fortes forces maximales, la tendance obtenue montre des valeurs de  $h_2$  relativement voisines pour les diamètres de 6  $\mu\text{m}$  et 8,5  $\mu\text{m}$  ; par contre une diminution de  $h_2$  est notée pour le diamètre 12,5  $\mu\text{m}$ . Ceci est sans doute dû à l'hypothèse uniaxiale, qui n'est pas vérifiée.

### 7.3.2 Influence du diamètre sur l'enfoncement du micro-insert dans sa base

Les mesures d'enfoncement  $h_{enf}$  des micro-inserts dans leur base sont effectuées pour chaque diamètre et chaque type de force maximale (figure 7.23). Les valeurs

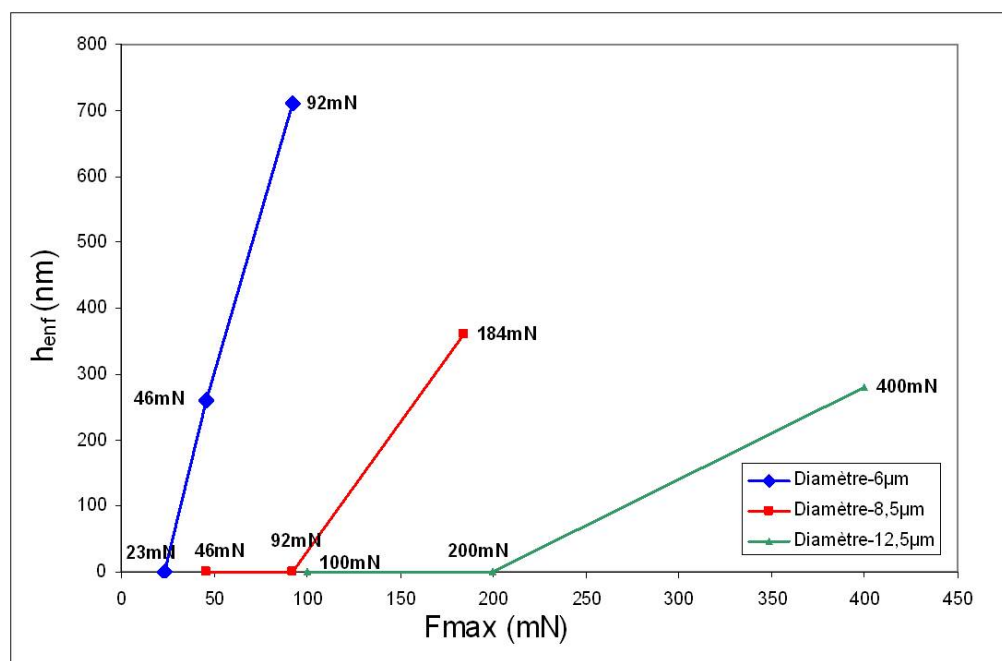


FIG. 7.23 – Influence du diamètre sur l'enfoncement du micro-insert dans sa base

d'enfoncement mesurées sont négligeables à faibles forces maximales, ce qui veut dire que les déformations à la base des micro-inserts sont purement élastiques. A moyennes forces maximales, seul le diamètre  $6\mu m$  présente un enfoncement non négligeable de l'ordre de 260nm. A fortes forces maximales une tendance à une diminution de  $h_{enf}$  quand le diamètre de micro-insert augmente est observée.

### 7.3.3 Influence du diamètre sur l'écrasement du micro-insert

La courbe 7.24 montre pour chaque diamètre et pour chaque type de force, l'évolution de l'écrasement du micro-insert de nickel. A faibles forces maximales, aucun écrasement n'est constaté, les déformations des micro-inserts peuvent être considérées comme élastiques. Seul le micro-insert de diamètre  $12,5\mu m$  montre un écrasement significatif de 650nm à moyennes forces maximales. En considérant les fortes forces maximales, il en ressort que l'écrasement est sensiblement égal pour les diamètres  $6\mu m$  et  $8,5\mu m$  tandis qu'un écrasement égal à  $2,1\mu m$  est constaté pour le diamètre  $12,5\mu m$ .

Ces résultats montrent une réelle influence du diamètre de micro-insert sur les trois paramètres choisis. Pour le petit diamètre de  $6\mu m$ , la pénétration à la fois dans le film d'aluminium et la base du micro-insert est prépondérante par rapport à l'ékra-

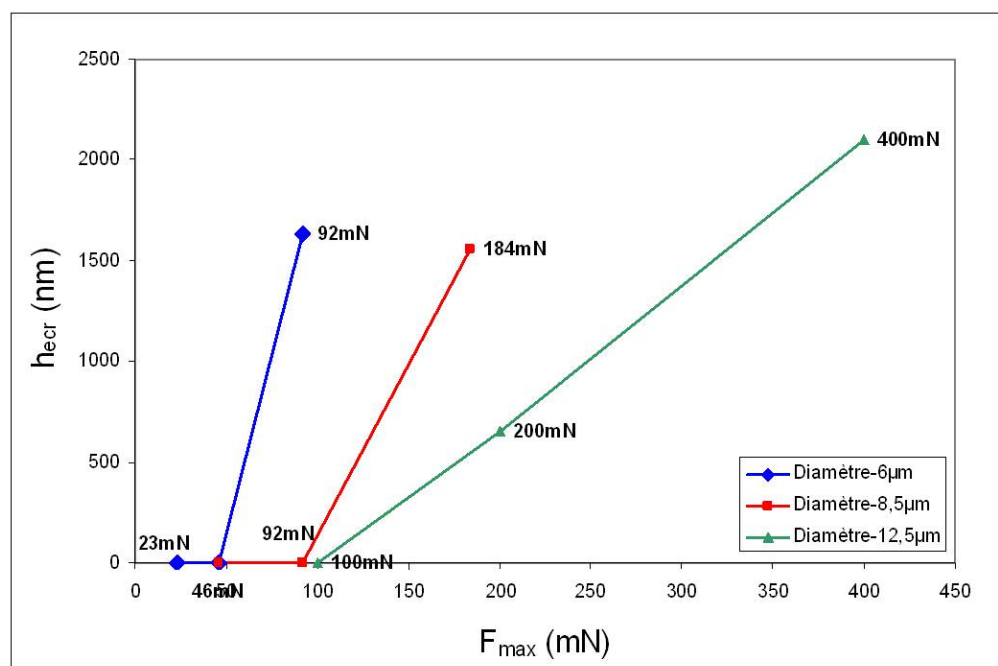


FIG. 7.24 – Influence du diamètre sur l'écrasement du micro-insert

sement aux faibles et moyennes forces maximales. L'effet inverse est remarqué sur les micro-inserts de diamètre  $12,5\mu\text{m}$ . Aux fortes forces, quel que soit le diamètre considéré, l'écrasement est très significatif et est supérieur à  $1,5\mu\text{m}$ . A moyennes forces maximales, les micro-inserts de diamètre  $8,5\mu\text{m}$  semblent répondre aux objectifs visés du procédé de micro-insertion puisqu'une pénétration conséquente dans le film d'aluminium est obtenue pour un écrasement et un enfoncement à la base du micro-insert négligeables. Le cuivre présent à la base du nickel limite la déformation plastique de l'aluminium présent à sa base. Il est intéressant de remarquer que la pénétration des micro-inserts dans leur base est supérieure à celle enregistrée dans le film d'aluminium car l'effet du substrat dans ce dernier cas se fait sentir en premier car le film d'aluminium y est deux fois moins épais que le film d'aluminium présent à la base du micro-insert.

## 7.4 Etude de fluage

### 7.4.1 Présentation des courbes de fluage

Des étapes de fluage sont effectuées durant le procédé de micro-insertion pour favoriser le scellement des puces à interconnecter (voir 5). C'est pour cette raison

que des étapes de fluage sont réalisées durant nos tests, l'extraction des paramètres de fluage est réalisée sur les courbes de fluage à l'aide de modèle phénoménologique. Le fluage peut être défini lorsque, à charge et température constantes, un matériau présente une instabilité dimensionnelle dépendant du temps [80].

Les tests qui sont présentés dans ce manuscrit ont été effectués à température ambiante. La plupart des courbes de fluage présentent la déformation en fonction du temps. Dans notre cas, pour plus de simplicité, les courbes de fluage donnent le déplacement en fonction du temps. Ces courbes concernent la première étape de fluage à force maximale  $F_{max}$  et la seconde étape de fluage à force minimale  $F_{min}$ . La première étape de fluage a été obtenue en maintenant la force constante à trois valeurs distinctes pour chaque diamètre de micro-insert. En guise d'exemple, pour les micro-inserts de diamètre  $12,5\mu m$ , la figure 7.25 montre la courbe de fluage pour les forces maximales de 100mN, 200mN et 400mN ce qui correspond respectivement aux contraintes moyennes de 0,8GPa, 1,6GPa et 3,2GPa. Quant à la seconde étape de fluage, effectuée à la fin de la décharge, elle correspond au maintien de la force aux valeurs constantes de 0,16mN, 3,23mN et 7mN pour les diamètres respectifs de  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$ . La figure 7.26 montre, pour les mêmes tests que ceux présentés sur la figure 7.25, les courbes de la seconde étape de fluage réalisées à la force de 7mN.

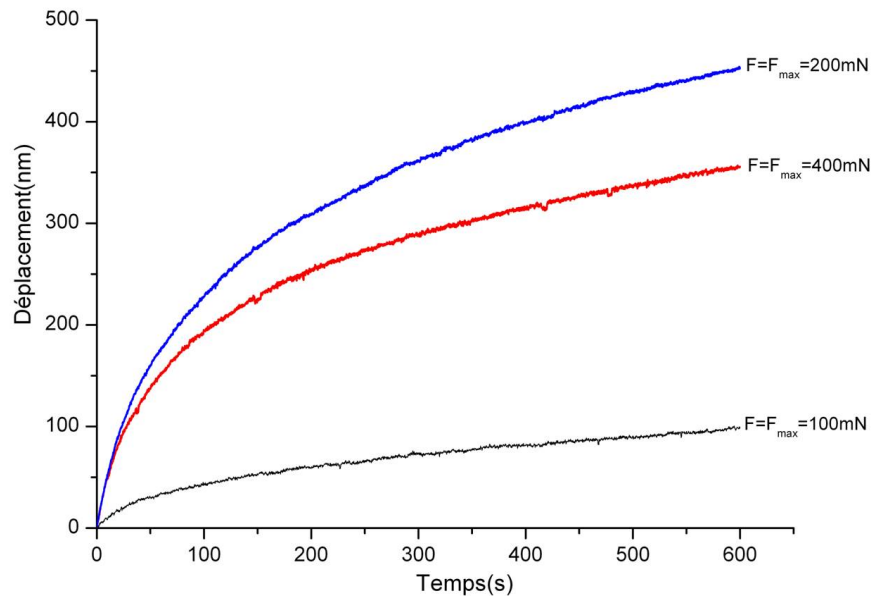


FIG. 7.25 – Courbes de fluage à différentes forces maximales de micro-inserts de  $12,5\mu m$  de diamètre

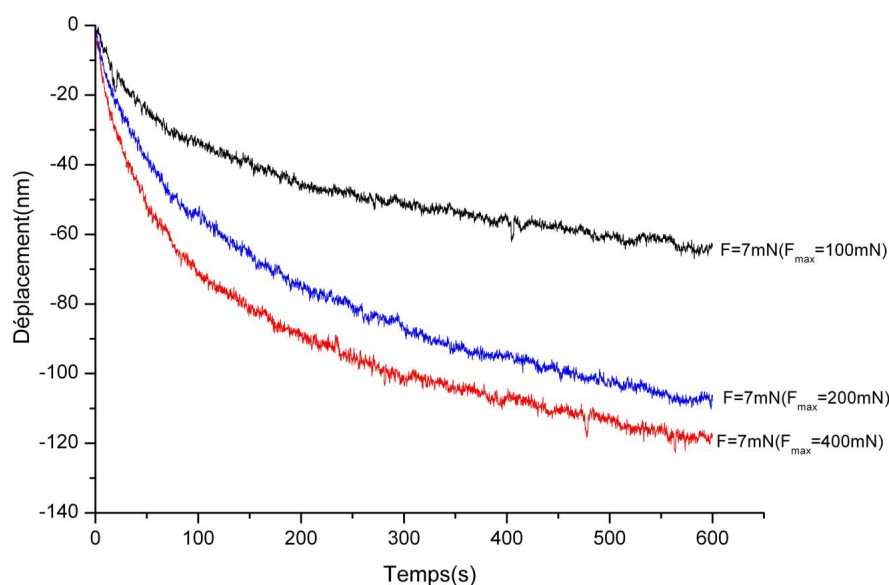


FIG. 7.26 – Courbes de fluage à la force minimale de 7mN pour les trois forces maximales présentées dans la figure 7.25

Une augmentation du déplacement en fonction du temps est observée sur les courbes de la figure 7.25. La variation de déplacement total enregistrée sur la courbe à la force de 200mN est supérieure à celle de la courbe à la force de 400mN. Cela s'explique par l'influence du substrat à force maximale comme il a été mentionné dans la section 7.2.3 de ce chapitre. Pour les courbes de la figure 7.26, une diminution du déplacement en fonction du temps est notée. Chacune des courbes des figures 7.25 et 7.26 montre en réalité l'évolution du déplacement du système global constitué de la puce de micro-insert de nickel et de la puce d'aluminium. Rappelons que ce déplacement pouvait être élastique ou élastoplastique dans les trois zones que sont le film d'aluminium, le micro-insert et sa base. Puisque nous nous intéressons au déplacement dans le film d'aluminium, nous proposons une solution permettant de soustraire les déplacements du micro-insert et de sa base du déplacement global. Cela permet d'obtenir des courbes de fluage dominées par le déplacement mesuré lors de la pénétration du film d'aluminium par le micro-insert de nickel. Pour obtenir les déplacements du micro-insert et de sa base, des tests de micro-insertion de micro-inserts de nickel dans un échantillon constitué de silicium sont effectués. La dureté du silicium est de l'ordre de 11GPa [6], cette valeur est largement supérieure à celle du film de nickel électrodéposé d'épaisseur  $1,5\mu\text{m}$  que nous avons mesurée égale à 4,5GPa (annexe 2). Lors de ces tests, le silicium se déforme de manière élastique et la déformation élastoplastique qui pourrait être mesurée a lieu au niveau du micro-

insert et dans sa base. Dans ces conditions, la soustraction des déplacements dus à l'écrasement du micro-insert et son enfoncement dans sa base n'est possible que si les déplacements mesurés lors des tests micro-insert de nickel/aluminium sont supérieurs aux déplacements obtenus sur les tests micro-insert de nickel/silicium à force donnée. Ceci n'est vérifié que pour les tests réalisés avec les micro-inserts de  $12,5\mu m$ . Pour les diamètres de  $6\mu m$  et  $8,5\mu m$ , les mécanismes de déformations du micro-insert de nickel et de sa base diffèrent selon que nous soyons en présence de silicium ou d'aluminium. C'est pour ces raisons que les paramètres de fluage du film d'aluminium sont extraits des courbes de fluage obtenues avec les diamètres de  $12,5\mu m$ .

Une courbe de micro-insertion nickel ( $\varnothing=12,5\mu m$ )/aluminium à force maximale de 200mN est comparée avec une courbe nickel ( $\varnothing=12,5\mu m$ )/silicium ; elles sont toutes obtenues avec les mêmes paramètres expérimentaux (figure 7.27). Les deux

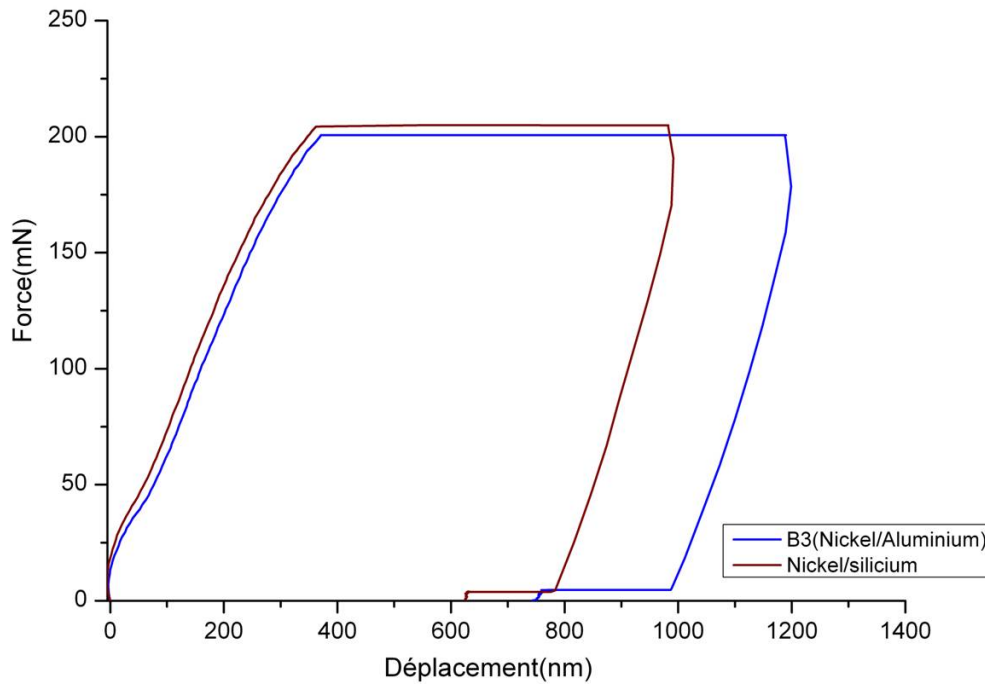


FIG. 7.27 – Comparaison des courbes de micro-insertion nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/aluminium et nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/silicium à la force maximale de 200mN

courbes présentent des similitudes lors des différentes phases de micro-insertion. Le déplacement en fluage de la courbe nickel/aluminium est supérieure à celui de la courbe nickel/silicium. Ce déplacement supplémentaire peut être attribué à la

déformation viscoplastique du film d'aluminium car les variations de hauteur de micro-inserts avant et après les deux tests sont sensiblement égales. Chacune des courbes de la figure 7.25 est tracée avec sa courbe correspondante obtenue lors de la micro-insertion nickel/silicium et le résultat de la soustraction, correspondant au fluage de l'aluminium (figures 7.28, 7.29 et 7.30).

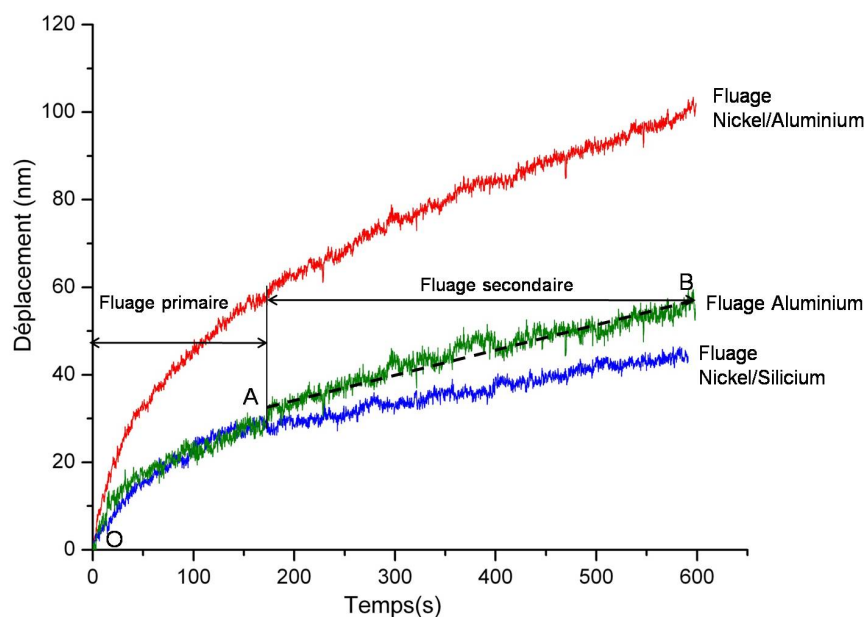


FIG. 7.28 – Courbe de fluage de l'aluminium à la force de 100mN obtenue à partir des courbes de fluage nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/aluminium et nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/silicium

L'examen des courbes de fluage de l'aluminium présentées dans les figures 7.28 7.29 et 7.30 révèle successivement deux parties distinctes :

- un déplacement OA pendant lequel la vitesse de déformation diminue. Cette partie correspond au fluage primaire ou transitoire, il se produit au cours du premier stade du fluage.

- un déplacement AB à une vitesse de déformation sensiblement constante qui est la vitesse minimale de fluage au cours du test considéré. Ce fluage est appelé fluage secondaire. La vitesse de déformation du fluage secondaire est beaucoup plus faible dans le cas de la courbe de fluage de l'aluminium effectuée à 400mN. Ce qui est probablement dû à l'influence du substrat du silicium. A partir de ces courbes de fluage du film d'aluminium, des paramètres de fluage peuvent être déduits à l'aide de modèles.



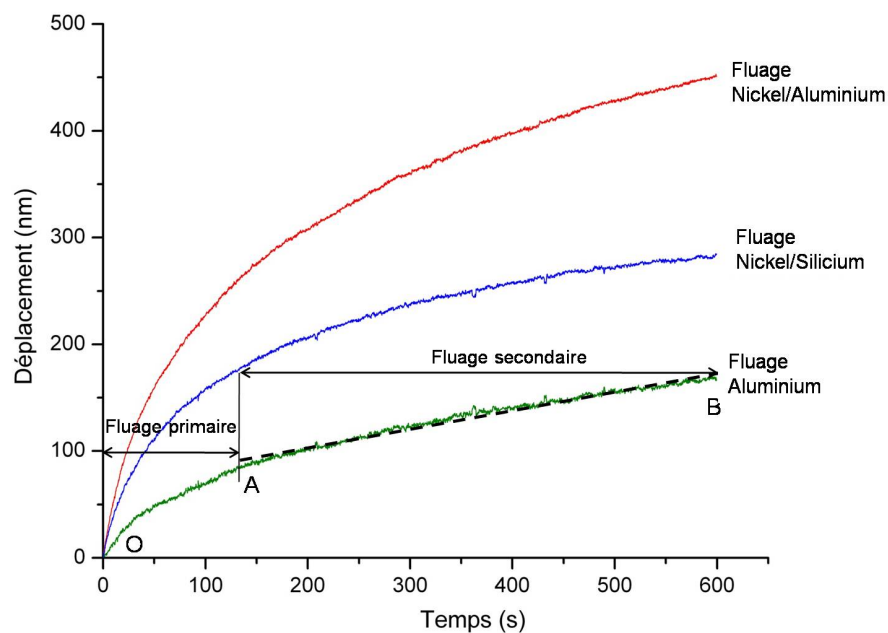


FIG. 7.29 – Courbe de fluage de l'aluminium à la force de 200mN obtenue à partir des courbes de fluage nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/aluminium et nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/silicium

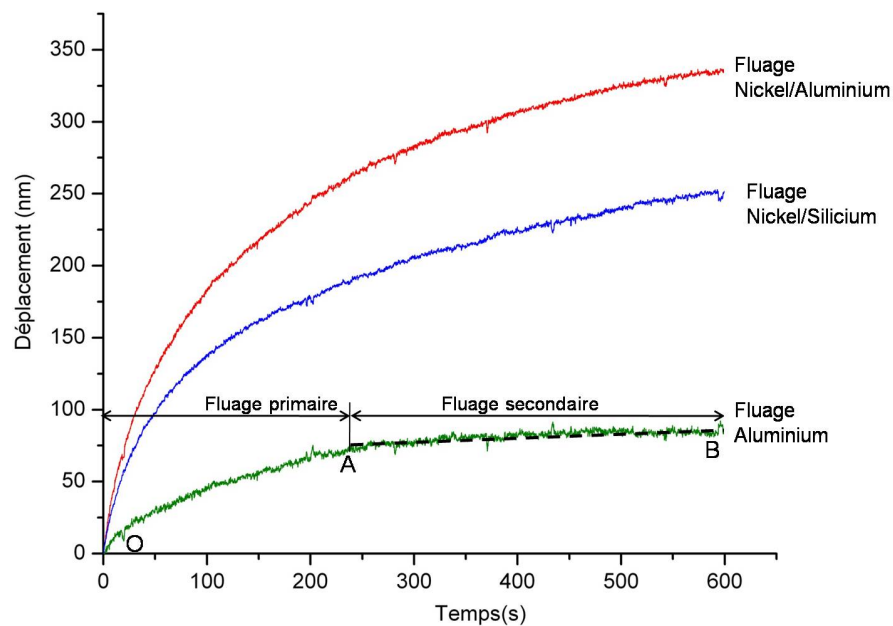


FIG. 7.30 – Courbe de fluage de l'aluminium à la force de 400mN obtenue à partir des courbes de fluage nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/aluminium et nickel( $\varnothing=12,5\mu m$ )/silicium

### 7.4.2 Paramètres de fluage du film d'aluminium

Pour extraire les paramètres de fluage du film d'aluminium, le modèle phénoménologique de Maxwell/Kelvin-Voigt a été choisi. Comme son nom l'indique, c'est la combinaison de deux modèles viscoélastiques, le modèle de Maxwell et le modèle de Kelvin-Voigt. Le modèle de Maxwell se compose d'un ressort symbolisé par la constante d'élasticité  $E_1$  et d'un amortisseur de coefficient  $\eta$  en série (figure 7.31-a) ; il traduit le comportement du fluage secondaire. Quant au modèle de Kelvin-Voigt, il est représenté par un ressort ( $E_1$ ) en série avec un système constitué d'un deuxième ressort ( $E_2$ ) et d'un amortisseur ( $\eta$ ) mis en parallèle (figure 7.31-b) ; il décrit le fluage primaire. Le fluage de l'aluminium sera donc décrit par la combinaison des

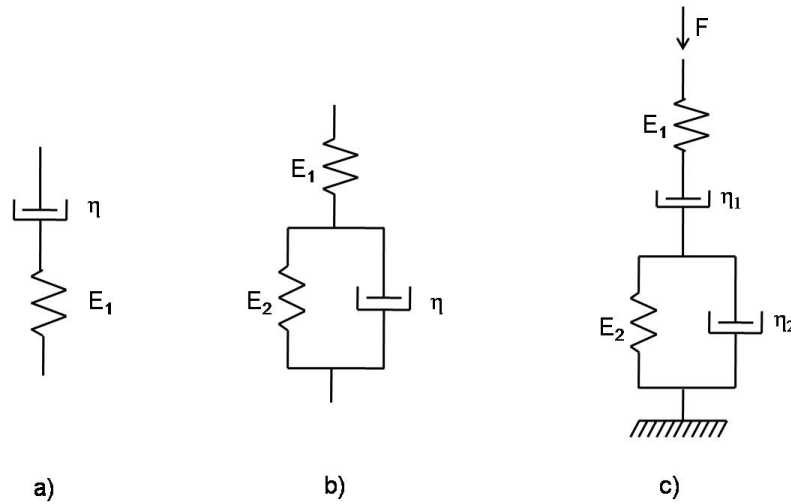


FIG. 7.31 – Modèles de fluage : a) Maxwell, b) Kelvin-Voigt et c) Maxwell/Kelvin-Voigt [81]

deux modèles (figure 7.31-c). L'équation qui en découle montre l'évolution du déplacement  $h$  en fonction du temps, des paramètres du modèle ( $E_1$ ,  $E_2$ ,  $\eta_1$  et  $\eta_2$ ), de la force et du diamètre du micro-insert. Pour notre étude, cette équation s'écrit [81] :

$$h(t) = \frac{F}{a} \left[ \frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \left( 1 - e^{-t \frac{E_2}{\eta_2}} \right) + \frac{1}{\eta_1} t \right] \quad (7.9)$$

L'extraction des paramètres de l'équation 7.9 à partir des courbes de fluage du film d'aluminium est réalisée à l'aide d'un ajustement qui n'incorpore pas le déplacement relatif à la déformation élastique du système ( $E_1$ ). Un exemple de ajustement de la courbe de fluage à la force de 200mN avec un micro-insert de diamètre de  $12,5\mu\text{m}$

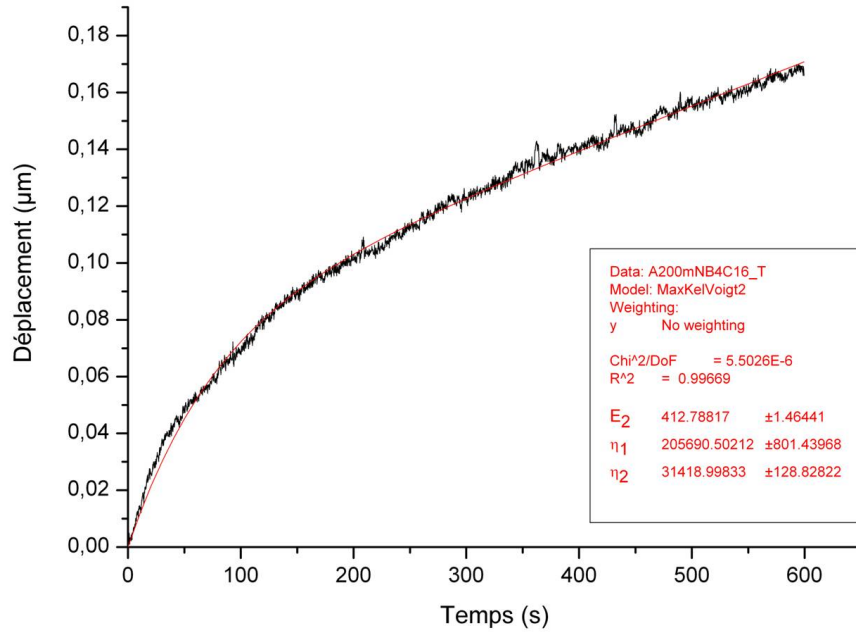


FIG. 7.32 – Extraction des paramètres de fluage du film d'aluminium à l'aide du modèle de Maxwell/Kelvin-Voigt à la force de 200mN avec un micro-insert de  $12,5\mu m$  de diamètre

est présenté sur la figure 7.32. Le tableau 7.8 résume les paramètres obtenus en fonction des différentes forces de fluage. Quant aux paramètres de fluage obtenus

Forces de fluage (mN)	Paramètres de fluage		
	$E_2$ (GPa)	$\eta_1$ (GPa.s)	$\eta_2$ (GPa.s)
100	637	$3.10^5$	$5.10^4$
200	412	$2.10^5$	$3.10^4$
400	614	$6.10^{28}$	$8.10^4$

TAB. 7.8 – Paramètres de fluage du film d'aluminium pour différentes forces maximales et avec un micro-insert de diamètre de  $12,5\mu m$

lors de la décharge et à la force de 7mN, ils sont présentés dans le tableau 7.9.

Le tableau 7.8 montre que les paramètres  $E_2$ ,  $\eta_1$  et  $\eta_2$  varient peu en fonction de la force de fluage sauf pour  $\eta_1$  à la force de 400mN qui tend vers une valeur infinie. A cette force, le fluage est limité par la présence du substrat ce qui se traduit, durant le fluage secondaire, par une vitesse de déformation beaucoup plus faible. Le tableau 7.9 montre pour chaque paramètre le même ordre de grandeur. La force maximale à laquelle le système a été au préalable maintenu lors de la première phase de fluage semble avoir une influence négligeable sur les paramètres de fluage. Ces

Forces de fluage (mN)	Forces maximales de charge (mN)	Paramètres de fluage		
		$E_2$ (GPa)	$\eta_1$ (GPa.s)	$\eta_2$ (GPa.s)
7	100	21	$10^4$	$10^3$
	200	26	$6.10^4$	$2.10^3$
	400	55	$3.10^4$	$3.10^3$

TAB. 7.9 – Paramètres de fluage du film d'aluminium à la force de 7mN pour différentes forces maximales de charge et avec un micro-insert de diamètre de 12,5 $\mu m$

valeurs peuvent être comparées à des paramètres extraits de courbes de fluage réalisées en indentation classique. Pour cela des tests classiques de fluage sur le film d'aluminium avec une pointe d'indentation sphérique de 5 $\mu m$  de rayon ont été effectués. Ces tests reproduisent les mêmes étapes que les tests de micro-insertion avec un temps de charge de 0,5s, 1s et 2s qui respectivement correspondent à des forces maximales de charge de 2,5mN, 5mN et 10mN. La force maximale de 10mN a été choisie de façon à obtenir une profondeur d'enfoncement de la pointe sphérique dans l'aluminium voisine des profondeurs maximales enregistrées dans les tests de micro-insertion ( $\sim 150nm$ ). Les courbes de fluage obtenues sur le film d'aluminium avec une pointe sphérique sont présentées sur la figure 7.33. Elle montre que le dé-

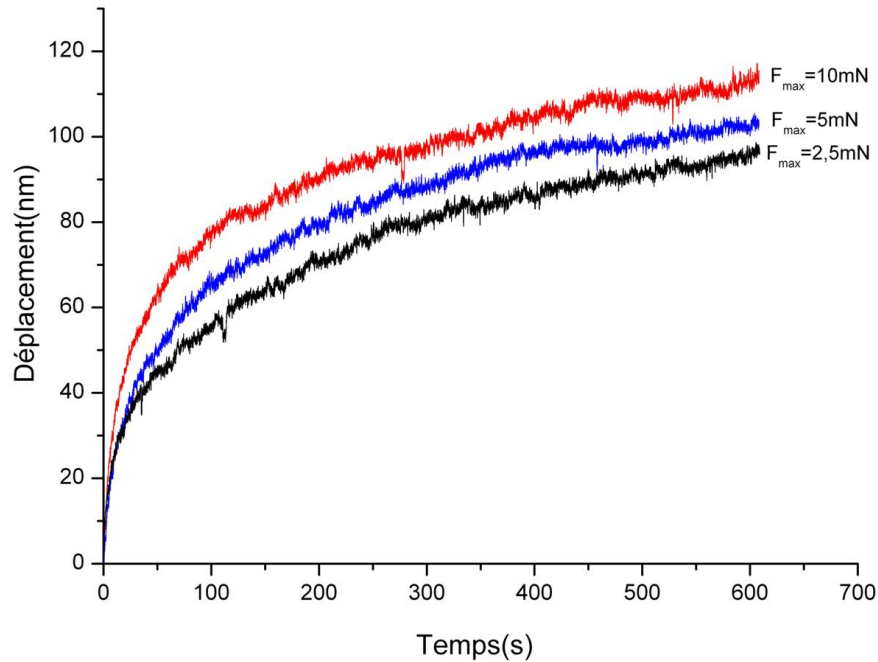


FIG. 7.33 – Fluage du film d'aluminium à différentes forces avec une pointe d'indentation sphérique de 5 $\mu m$  de rayon

placement en fluage augmente sensiblement avec la force de fluage. Les paramètres de fluage sont obtenus en utilisant le modèle de Maxwell/Kelvin-Voigt adapté à une pointe sphérique de rayon  $R$  [6] :

$$h(t) = \frac{3F}{4\sqrt{R}} \left[ \frac{1}{E_1} + \frac{1}{E_2} \left( 1 - e^{-t \frac{E_2}{\eta_2}} \right) + \frac{1}{\eta_1} t \right] \quad (7.10)$$

Les paramètres de fluage du film d'aluminium ainsi obtenus sont présentés dans le tableau 7.10. Les paramètres de fluage du film d'aluminium obtenus avec une

Forces de fluage (mN)	Paramètres de fluage		
	$E_2$ (GPa)	$\eta_1$ (GPa.s)	$\eta_2$ (GPa.s)
2,5	14	$10^4$	$0,5 \cdot 10^3$
5	25	$3 \cdot 10^4$	$10^3$
10	43	$5 \cdot 10^4$	$10^3$

TAB. 7.10 – Paramètres de fluage du film d'aluminium avec une pointe sphérique de  $5\mu m$  de rayon et pour différentes forces

pointe sphérique sont plus proches des résultats présentés dans le tableau 7.9 pour lesquels le fluage est effectué à la fin de la décharge à la force de 7mN. Seulement, le lien entre les deux cas n'est pas facile à établir car les mécanismes de déformation du film d'aluminium sont différents. Dans un cas, une pointe considérée comme infiniment rigide est utilisée et la surface de contact augmente avec la force appliquée sur la pointe alors que dans le cas des tests de micro-insertion, le micro-insert est déformable et l'interface de contact est sensiblement constante.

Dans cette partie, l'extraction des paramètres de fluage du film d'aluminium a été effectuée. Ces paramètres pourront être utilisés dans des travaux ultérieurs pour l'analyse et la prédiction du procédé de micro-insertion. Une loi d'évolution de ces paramètres de fluage en fonction de la force devra être établie. Ces paramètres peuvent être reliés à des mécanismes physiques de déformation plastique comme dans les travaux de Ishikawa et al. [82].

## 7.5 Bilan

L'étude mécanique de micro-insertion a été effectuée avec des micro-inserts de diamètres  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$ . L'analyse des résultats a été rendu possible grâce aux caractérisations dimensionnelles de tous les micro-inserts avant et après tests

et des empreintes résiduelles sur le film d'aluminium. L'étude de l'influence de la force maximale et du diamètre de micro-insert lors de la micro-insertion est réalisée. Enfin, une étude de fluage du film d'aluminium est également effectuée.

Les résultats de l'étude de l'influence de la force, présentés pour les diamètres de  $6\mu m$  mais également valables pour les  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$  ont permis de définir un scénario de régimes de déformation du système puce de micro-insert de nickel/puce d'aluminium. Les déformations du micro-insert, de sa base et du film d'aluminium sont purement élastiques lors de la charge pour des forces inférieures à 46mN, 92mN, 200mN correspondant respectivement à des diamètres de micro-inserts de  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$ . Ces trois zones subissent des déformations élastoplastique au-delà de ces forces et pour chaque type de diamètre de micro-insert. Quelle que soit l'une des trois forces maximales choisies pour un diamètre de micro-insert donné, le film d'aluminium subit une déformation élastoplastique lors des premières phases de fluage. Ceci prouve l'importance du fluage dans le procédé de micro-insertion. Lors de la déformation élastoplastique du film d'aluminium, la formation d'un bourrelet est constatée sur le contour extérieur de l'empreinte. Les dimensions du bourrelet augmentent avec la force de charge. Les zones du contour intérieur de l'empreinte montre un enfoncement plus important comparé au centre de l'empreinte où l'enfoncement résiduel est nul. Cette forme d'empreinte est en accord qualitatif avec le modèle que nous avons présenté. Par contre, pour être quantitatif, le modèle devra être modifié afin de prendre en compte l'écoulement de l'aluminium de manière réaliste. La formation de bourrelet est également notée au pied du micro-insert lorsque celui s'enfonce dans sa base de manière considérable. Cet enfoncement est souvent accompagné d'écrasement du micro-insert qui augmente en fonction de la force de charge.

L'influence du diamètre est étudiée sur la profondeur maximale d'empreinte résiduelle, l'écrasement du micro-insert et l'enfoncement de ce dernier dans sa base. Les résultats montrent que les profondeurs d'empreinte ne sont pas identiques d'un diamètre à l'autre malgré le maintien constant de la contrainte quel que soit le diamètre. Ceci montre que l'hypothèse uniaxiale n'est pas satisfaite. Ce constat est également fait pour l'enfoncement du micro-insert dans sa base et son écrasement. Pour le diamètre de  $6\mu m$ , la tendance observée est la pénétration du micro-insert dans sa base et dans le film d'aluminium, contrairement au diamètre de  $12,5\mu m$  qui présente une tendance à l'écrasement. Le micro-insert de diamètre  $8,5\mu m$  montre

un bon compromis puisque l'écrasement et l'enfoncement du micro-insert dans sa base sont moins importants comparés aux autres diamètres.

L'extraction des paramètres de fluage du film d'aluminium a été effectuée à l'aide du modèle phénoménologique de Maxwell/Kelvin-Voigt. Ceci a été possible grâce à la soustraction des déplacements dus à l'écrasement et à l'enfoncement du micro-insert dans sa base, obtenus à partir des tests micro-inserts/substrat de silicium. Les paramètres obtenus pourront être utilisés pour la prédiction du procédé de micro-insertion.

Après cette étude qui a permis une meilleure compréhension des aspects mécaniques de la micro-insertion nickel/aluminium, nous allons présenter, dans le chapitre suivant, les premiers résultats de mesure de la résistance de contact électrique lors de la micro-insertion par nanoindentation.

# Chapitre 8

## Contact électrique

Le but de cette partie est de mesurer la résistance de contact électrique tout au long du test d'insertion. Ainsi, la courbe d'insertion est superposée à la courbe de résistance de contact mesurée.

### 8.1 Résultats

Les premiers tests ont été effectués sur un micro-insert de  $6\mu m$  de diamètre avec un protocole expérimental simplifié. Il comporte deux phases de même durée : une de charge et une autre de décharge. Les caractéristiques mécaniques et électriques choisies sont :

- temps de charge : 300s ;
- force maximale : 92mN, c'est la force maximale choisie lors des essais mécaniques pour le diamètre  $6\mu m$  ;
- contrôle en tension constante : 1mV
- valeur limite en courant : 1mA

La figure 8.1 montre une courbe d'insertion obtenue à partir des caractéristiques ci-dessus. Quant à la figure 8.2, elle montre l'évolution du déplacement et de la résistance de contact électrique lors du test d'insertion. Quatre phases peuvent être identifiées sur la courbe de la figure 8.2 :

- Phase I :

Elle concerne le début de la charge jusqu'au déplacement de 760nm, deux régimes de déformations peuvent être identifiés. Le premier régime, allant du déplacement nul ( $F=0$ ) jusqu'au déplacement  $d_1$  égal 250nm ( $F_1=33mN$ ), est élastique comme le montre la courbe à charge lente de 40s de la figure 7.15. Ce premier régime est



suivi d'une d'une déformation élastoplastique jusqu'au déplacement  $d_2$  égal à 774nm ( $F=49\text{mN}$ ). Durant cette phase, la résistance de contact électrique est supérieure à la valeur limite accessible à notre système de mesure. L'absence de contact électrique peut s'expliquer par la présence de couches d'oxyde natif isolantes aux surfaces de l'aluminium et du nickel.

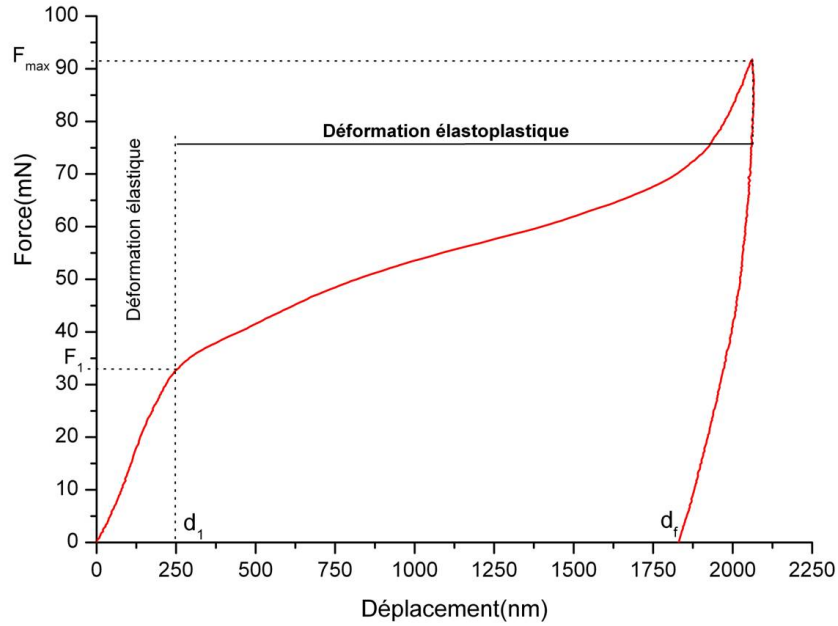


FIG. 8.1 – Courbe d'insertion réalisée lors d'un test mécanique-électrique

– Phase II :

Une augmentation du déplacement est constatée, il passe de  $d_2$  c'est à dire 774nm ( $F=49$ ) à  $d_{c1}$  égal à 1475nm ( $F=61\text{mN}$ ). Cette phase correspond à une zone d'instabilité du contact électrique où la résistance oscille et la valeur minimale  $R_{\min}$  mesurée est de  $6\Omega$ . Cette instabilité pourrait être expliquée par un début de fissuration de l'oxyde natif mettant en jeu une compétition entre fissuration et croissance d'oxyde natif aux surfaces vierges de l'aluminium et du nickel. L'influence de l'oxyde natif d'aluminium dans la mesure de la résistance de contact entre deux conducteurs en aluminium est montrée sur la figure 8.3 [73]. Des oscillations de la valeur de la résistance sont observées en cas de présence d'oxyde (figure 8.3-a). Dans le cas de la figure 8.3-b, les couches d'oxyde sont enlevées par gravure à faisceau ionique et le contact s'établit sans aucune oscillation. En plus la force à laquelle s'établit le contact est largement inférieure lorsque les métaux sont exempts de couches d'oxyde.

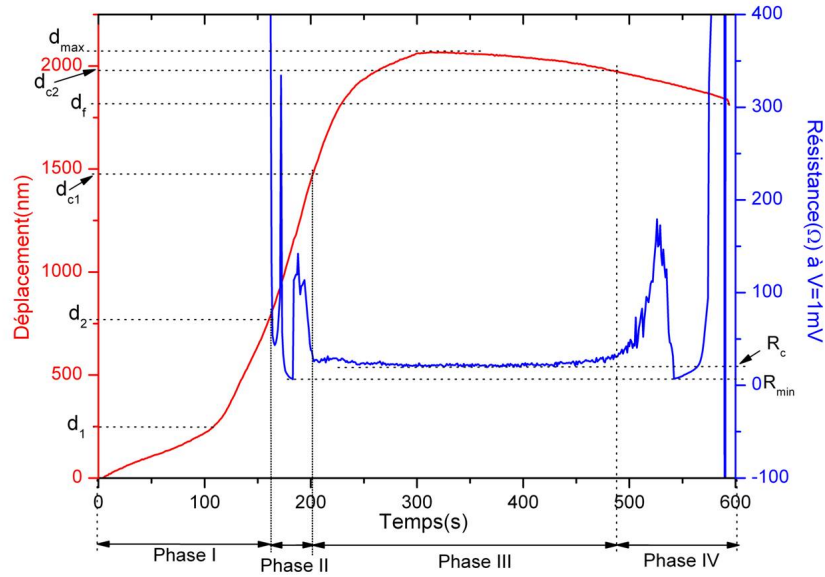


FIG. 8.2 – Courbe d'insertion réalisée lors d'un test mécanique-électrique

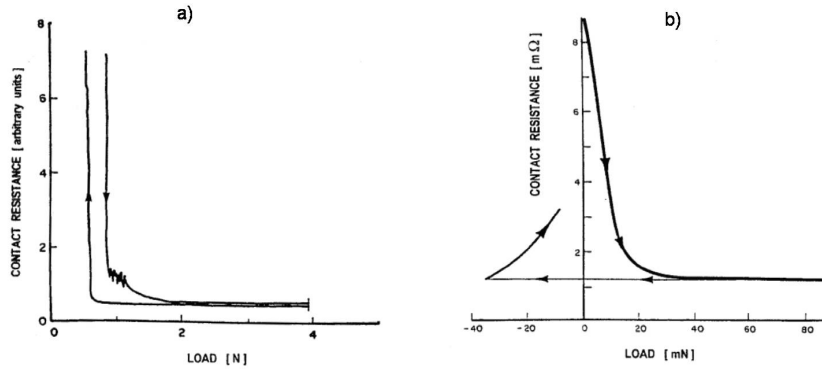


FIG. 8.3 – Résistance de contact aluminium-aluminium avec : a) une présence de couches d'oxyde natif à l'interface de contact et b) sans couches d'oxyde natif à l'interface de contact [73]

– Phase III :

A partir du déplacement  $d_{c1}$  égal à 1475nm ( $F=61\text{mN}$ ), la résistance de contact se stabilise à la valeur  $R_c$  environ égale à  $20\Omega$ . Cette valeur est indépendante de l'augmentation de la force et du déplacement. La décharge débute une fois la force maximale atteinte ce qui correspond à un déplacement de  $d_{max}$  égal 2067nm. A la moitié de la décharge ( $F=46\text{mN}$ ) correspondant à un déplacement mesurée de  $d_{c1}$  égal à 2000nm, la résistance de contact commence à augmenter légèrement.

– Phase IV :

Durant cette phase, la résistance de contact commence par une augmentation progressive ensuite elle devient instable puis tend vers l'infini. Cette phase traduit la perte du contact électrique lors du retrait du micro-insert.

## 8.2 Interprétation de la valeur de résistance de contact

La valeur de résistance de contact mesurée lors de l'insertion représente la résistance totale  $R_{tot}$  du système global en contact. La résistance totale  $R_{tot}$  peut être calculée à partir du modèle de la figure 8.4 où le contact du système global est considéré comme trois résistances en série constituées par la résistance du micro-insert  $R_{Ni}$  et les résistances de contact nickel-cuivre  $R_{Ni-Cu}$  et nickel-aluminium  $R_{Ni-Al}$ . La résistance  $R_{Ni}$  est fonction des dimensions du micro-insert et du matériau qui le

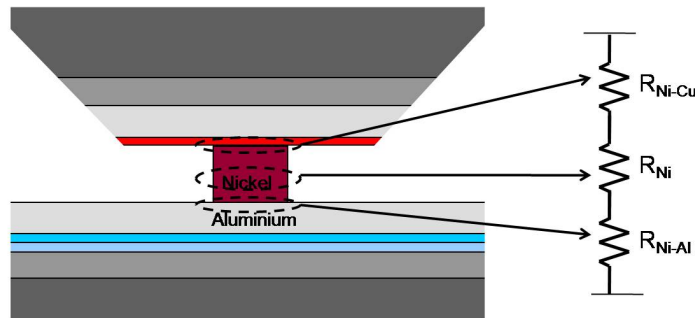


FIG. 8.4 – Représentation schématique du contact puce micro-insert/puce d'aluminium pour le calcul de la résistance de contact totale

constitue et elle est donnée par la relation suivante :

$$R_{Ni} = \frac{\rho_{Ni} h}{A} \quad (8.1)$$

où  $h$  est la hauteur du micro-insert et  $A$  l'aire de contact. Pour calculer  $R_{Ni-Cu}$  ou  $R_{Ni-Al}$ , très souvent, c'est la relation de Maxwell donnée par Holm qui est utilisée

(3.12). Cette relation est vérifiée pour des matériaux en contact d'épaisseurs semi-infinies. Cependant, elle n'est plus valable lorsque la taille de l'aire de contact n'est pas négligeable devant l'épaisseur de l'un des matériaux en contact. Donc dans le cas de notre étude, il faudra prendre en compte les dimensions des matériaux des puces de nickel et d'aluminium. L'une des rares études réalisées à ce sujet est l'œuvre de Norberg et al. [83]. Cette étude propose, à partir de simulations numériques, une expression approximative de la résistance de contact  $R_{approx}$  entre un cylindre A et un film mince représenté par un cylindre B de rayon plus grand (figure 8.5). Dans la

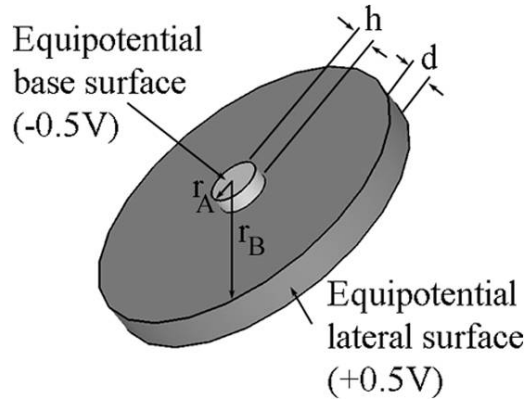


FIG. 8.5 – Géométrie du modèle de Norberg et al. [83]

figure 8.5,  $r_A$  et  $h$  représentent respectivement le rayon du cylindre A et sa hauteur tandis que  $r_B$  et  $d$  sont respectivement le rayon du cylindre B et son épaisseur. Ce modèle ne prend pas en compte les effets de couches superficielles de contamination et de rugosité des surfaces de contact. L'expression de la résistance de contact s'écrit :

$$R_{approx} = k_1(r_A, d) \cdot R_{Max-Ray} + k_2(r_A, d) \cdot R_{Scyl} \quad (8.2)$$

La relation donnée par Norberg et al. est la combinaison de deux termes. Le premier terme est la résistance de Maxwell-Rayleigh  $R_{Max-Ray}$  qui est en fait la résistance de Maxwell adaptée au cas du contact cylindre sur demi-espace plan semi-infini. Son expression est donnée par Holm [66] :

$$R_{Max-Ray} = \frac{\rho}{4R_A} 1,05 \quad (8.3)$$

où  $\rho$  est la résistivité moyenne des matériaux en contact et le 1,05 est un facteur correctif. Le deuxième terme concerne la résistance électrique du film  $R_{Scyl}$  causée

par une densité de courant contraint de s'écouler dans la direction radiale du cylindre B contrairement à la densité de courant qui diffuse librement dans un matériau semi-infini [83]. Cet effet est dû au fait que la résistivité du film d'aluminium est largement inférieure à celle du substrat de silicium oxydé [73]. La figure 8.6 montre les lignes de courant dans un film déposé sur un substrat de résistivité inférieure à celle du film (figure 8.6-a) ou un substrat de résistivité supérieure à celle du film (figure 8.6-b). En plus, une diminution de l'épaisseur du film entraîne une augmentation de

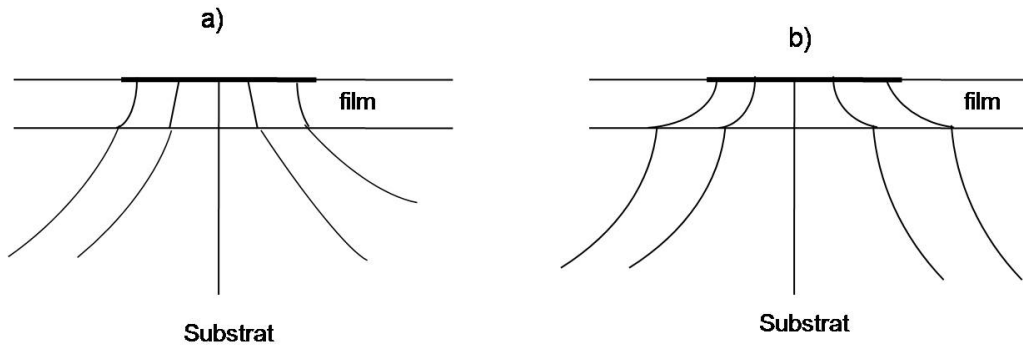


FIG. 8.6 – Distribution des lignes de courant dans un film déposé sur substrat : a) la résistivité du film est supérieure à celle du substrat et b) la résistivité du film est inférieure à celle du substrat [73]

l'écoulement latéral dans le cas de la figure 8.6-b. La résistance du film est donnée par :

$$R_{Scyl} = \frac{\rho}{2\pi d} \ln \frac{r_B}{r_A} \quad (8.4)$$

La résistivité  $\rho$  est comme pour l'expression 8.3 la moyenne des résistivités des matériaux en contact. Pour une meilleure approximation de la résistance de la résistance de contact  $R_{approx}$  (équation 8.2), les fonctions de pondération  $k_1$  et  $k_2$  sont utilisées. Elles sont toutes les deux dépendantes de  $r_A$  et  $d$  et leur évolution en fonction de ces paramètres est montrée sur la figure 8.7. En calculant les résistances de contact  $R_{Ni-Cu}$  et  $R_{Ni-Al}$  à partir des équations 8.2-8.4 ainsi que des valeurs de  $k_1=0,08$  et  $k_2=1,05$  et en utilisant l'expression de la résistance  $R_{Ni}$  (équation 8.1), il est possible d'accéder à la résistance totale  $R_{tot}$  de notre système à partir des valeurs de résistivité électriques présentées dans le tableau 8.1 :

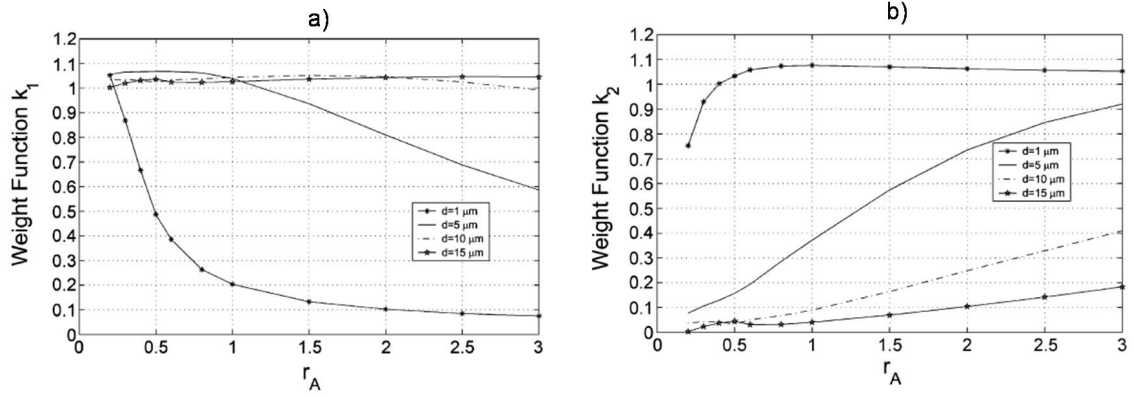


FIG. 8.7 – Evolutions des fonctions de pondération en fonction de  $r_A$  et  $d$  : a)  $k_1$  et b)  $k_2$  [83]

Matériaux	Résistivités électriques $\times 10^{-8} \Omega m$
Nickel	6,8
Aluminium	2,6
Cuivre	1,65

TAB. 8.1 – Valeurs de résistivités électriques des matériaux en contact lors du test d'insertion [73]

$$\begin{aligned}
 R_{tot} &= [k_1(r_A, d) \cdot R_{Max-Ray} + k_2(r_A, d) \cdot R_{Scyl}]_{Ni-Cu} \\
 &+ [k_1(r_A, d) \cdot R_{Max-Ray} + k_2(r_A, d) \cdot R_{Scyl}]_{Ni-Al} + \frac{\rho_{Ni} h}{A} \\
 &= 62,8 m\Omega + 77,5 m\Omega + 12,0 m\Omega = 152,3 m\Omega
 \end{aligned} \tag{8.5}$$

La résistance théorique totale est cent trente fois inférieure à la résistance mesurée expérimentalement dans la phase III. Cette différence s'explique par le fait que dans le modèle de Norberg et al., l'interface de contact est supposée parfaite, or l'aluminium et le nickel sont des matériaux qui se recouvrent d'oxyde natif à l'air libre. Une autre source d'erreurs est relative au fait que le modèle de Norberg et al. n'est pas adapté à la géométrie de mesure "quatre points" que nous utilisons car ce modèle considère une distribution radiale axisymétrique du courant électrique aux bornes du contact.

## 8.3 Bilan

Les premiers résultats de mesure de résistance de contact lors de la micro-insertion ont été présentés. Ils montrent une valeur stable de résistance de l'ordre d'une vingtaine de Ohms lorsque la force d'insertion est supérieure à 60mN. L'établissement du contact est retardé par la présence de couches d'oxyde natif isolantes à l'interface nickel/aluminium.

# Conclusion et perspectives

Ce travail de thèse a été motivé par une problématique portant sur l'étude des aspects mécaniques et électriques du contact localisé entre un micro-insert de nickel et un film d'aluminium grâce à des modifications effectuées sur un nanoindenteur.

La nanoindentation permet de caractériser les propriétés mécaniques locales des matériaux, qu'il s'agisse de matériaux massifs ou de films minces déposés sur substrat. Les équations établies par Oliver et Pharr sont communément utilisées pour extraire la dureté et le module de Young des matériaux ; les deux propriétés les plus étudiées. Toutefois, nous avons montré que l'utilisation de la nanoindentation ne s'arrête pas uniquement à la caractérisation de matériaux massifs ou de films minces déposés sur substrat. D'autres applications, profitant ainsi des avantages offerts par la nanoindentation en termes de résolutions en force et en déplacement, ont vu le jour dans le domaine de la caractérisation de micro-objets. Ainsi, la nanoindentation permet tout d'abord de réaliser des tests de flexion de micro-commutateurs dans le but de déduire leurs propriétés élastiques et plastiques. Ensuite, elle est utilisée pour réaliser des tests de compression de micro-cylindres afin d'étudier l'effet de taille sur les propriétés élastoplastiques de ces micro-objets. Enfin, en associant au nanoindenteur des appareils de mesure électrique, il est possible d'étudier les performances et la fiabilité de micro-commutateurs et ceci tant du point de vue mécanique qu'électrique.

Dans ce manuscrit, nous avons démontré, la faisabilité de l'étude du procédé de micro-insertion en "détournant" l'utilisation de la technique de nanoindentation. Jusqu'ici toutes les études rencontrées utilisant la nanoindentation sur les micro-objets utilisent d'une manière ou d'une autre la pointe d'indentation. Dans notre cas, nous avons montré que tous les éléments impliqués dans le procédé de micro-insertion peuvent être étudiés grâce à des modifications apportées à l'appareil. Les déplacements dus à ces modifications ont été déterminés puis soustraits du dépla-



cement brut fourni par l'appareil permettant ainsi la prise en compte des seules déformations des matériaux en contact. Plusieurs matériaux ont été utilisés dans la réalisation des échantillons que sont la puce de micro-insert et la puce d'aluminium. Tous ces matériaux apportent leur part de contribution lors de la micro-insertion rendant l'analyse des déformations ainsi obtenues complexe. En imposant différentes valeurs de force maximale et en s'appuyant sur la caractérisation des échantillons, nous avons montré que durant l'étape de premier fluage, les premières zones en régime de déformation élastoplastique sont le film d'aluminium et la base du micro-insert. La répartition des contraintes dans l'aluminium en contact avec le micro-insert n'est pas uniaxiale, les contraintes sont maximales au bord du micro-insert. La déformation plastique du film d'aluminium montre la formation d'un bourrelet dont les dimensions évoluent avec la force maximale de charge. Nous avons également montré que le micro-insert subit une déformation élastoplastique traduisant son écrasement à partir des forces de 46mN, 92mN et 200mN pour les diamètres respectifs de micro-insert de  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$ . Cependant, lors de la charge rapide, nous n'avons pas pu déterminer lequel d'entre le micro-insert de nickel et le film d'aluminium atteint le premier la limite d'élasticité. Pour répondre à cette question, d'autres essais sans première étape de fluage et avec des forces maximales supérieures aux forces correspondant à des changements de pente sur les courbes de micro-insertion doivent être effectués. Les déformations du film d'aluminium, du micro-insert et de sa base sont largement influencées par la présence des substrats de silicium oxydés lorsque la force d'appui est importante.

L'un des objectifs visés dans le procédé de micro-insertion est la pénétration du micro-insert dans le film d'aluminium plutôt que son écrasement ou son enfoncement dans sa base. Pour répondre à cet objectif, l'utilisation des micro-inserts de diamètres  $8,5\mu m$  est la plus appropriée. Pour le diamètre  $6\mu m$ , une tendance à la pénétration du micro-insert dans sa base est observée et pour le diamètre  $12,5\mu m$ , c'est l'écrasement qui est prédominant. Les travaux de cette thèse ont permis, à partir du modèle de Maxwell/Kelvin-Voigt, d'extraire des paramètres de fluage qui peuvent être utilisés dans le procédé de micro-insertion. Toutefois, d'autres modèles existent dans la littérature et doivent être explorés afin de les comparer à celui de Maxwell/Kelvin-Voigt.

Concernant les tests électriques, nous avons présenté les premiers résultats de mesure de la résistance de contact de micro-objets par nanoindentation sans utili-

sation de la pointe d'indentation. La résistance de contact mesurée est de l'ordre d'une vingtaine de Ohms et cette valeur pourrait être due au fait que le courant ne passe qu'en certains endroits du contact en raison de la présence continue de l'oxyde natif isolant à l'interface de contact. Pour éviter la formation continue d'oxyde isolant lors de la micro-insertion, il faudra mettre le nanoindenteur sous atmosphère contrôlée. Les résultats présentés ne prennent pas en compte les étapes de fluage. D'autres tests seront nécessaires pour non seulement intégrer les étapes de fluage mais également étudier l'influence du diamètre sur la résistance de contact mesurée. Peuvent être également envisagés des essais contrôlés à fortes tensions pour examiner les phénomènes de claquage d'oxyde natif et de fusion du contact. Enfin, nous avons mis en place, en collaboration avec l'atelier mécanique de l'Ecole des Mines de Saint Etienne un dispositif expérimental appelé "balance" permettant de mesurer et d'étudier la résistance de contact électrique au niveau macroscopique de cylindres croisés perpendiculairement. En utilisant ces cylindres qui sont représentatifs des échantillons de micro-insert de nickel et d'aluminium, il sera possible de comparer les résultats obtenus avec la "balance" avec ceux trouvés lors des essais de micro-insertion.

Le protocole expérimental mis en place et validé dans ce travail permet de disposer aujourd'hui d'un système fiable pour la reproduction en laboratoire du procédé de micro-insertion. De plus, ce système permettra des études plus fondamentales sur le contact localisé. Enfin, une comparaison des résultats obtenus, et en particulier des profils d'empreinte résiduelle, avec des simulations par éléments finis est souhaitable. Associées aux nombreux résultats expérimentaux disponibles et à venir, puis complétées par des analyses microstructurales, ces simulations permettront une analyse fine du contact mécanique et électrique localisé.



# ANNEXES



# Annexe 1 : Méthode dynamique "Continuous Stiffness Measurement"

Pour déterminer la raideur de contact par la méthode CSM, il est nécessaire de décrire l'ensemble Nanoindenteur-échantillon par un modèle. Ce modèle comme le montre la figure ci-dessous est un oscillateur harmonique. L'équation du mouvement

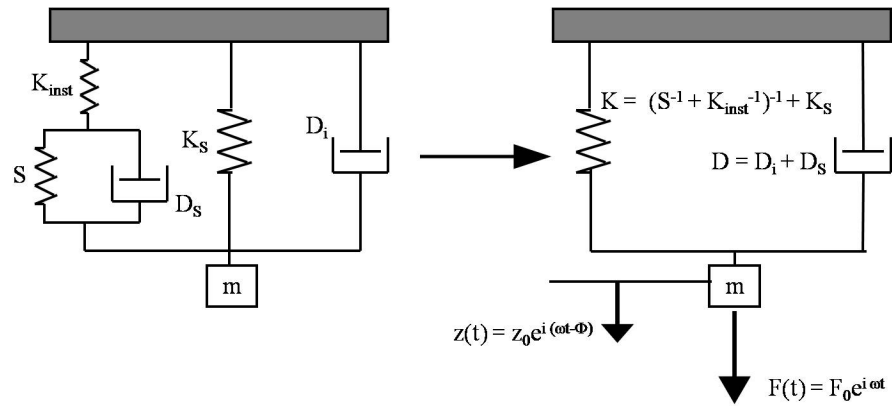


FIG. A1-1 – Oscillateur harmonique représentatif du système Nanoindenteur-échantillon [35]

qui décrit ce modèle représentant un système d'oscillations forcées avec amortissement est donnée par l'expression :

$$m\ddot{z} + D\dot{z} + Kz = F(t) \quad (\text{A1-1})$$

Dans cette expression,  $m$  est la masse du Nanoindenteur et  $K$  représente la raideur équivalente qui est la combinaison de la raideur de contact  $S$ , de la raideur de l'instrument  $K_{inst}$  et de la raideur des lames ressorts  $K_s$ . La raideur équivalente s'écrit, d'après la figure A1-1 comme :

$$K = (S^{-1} + K_{inst}^{-1})^{-1} + K_s \quad (A1-2)$$

Le paramètre D est le coefficient d'amortissement équivalent et il est égal à la somme des amortissements de la pointe d'indentation  $D_i$  et de l'échantillon  $D_s$ . Son expression est la suivante :

$$D = D_i + D_s \quad (A1-3)$$

Une force d'excitation sinusoïdale  $F(t)$  est appliquée à la masse m est son expression est :

$$F(t) = F_0 e^{i\omega t} \quad (A1-4)$$

L'équation A1-1 est résolue en supposant une expression sinusoïdale pour le déplacement de la masse comme étant sous la forme suivante :

$$z(t) = z_0 e^{i(\omega t - \Phi)} \quad (A1-5)$$

où  $F_0$  et  $z_0$  représente respectivement les amplitudes de la force et du déplacement,  $\omega$  est la pulsation d'excitation de la force  $F(t)$  et  $\Phi$  représente la phase du déplacement de la masse par rapport à la valeur de la force d'excitation. La résolution de l'équation A1-1 à l'aide de l'expression  $z(t)$  ci-dessus permet d'écrire la fonction de transfert du système à partir de laquelle est calculée la raideur de contact et le coefficient d'amortissement. L'amplitude de la fonction de transfert s'écrit :

$$\left| \frac{z_0}{F_0} \right| = \frac{1}{\sqrt{\{(S^{-1} + K_{inst}^{-1}) + K_s - m\omega^2\} + (\omega^2 D^2)}} \quad (A1-6)$$

et la phase est définie par :

$$\tan(\Phi) = \frac{\omega D}{(S^{-1} + K_{inst}^{-1}) + K_s - m\omega^2} \quad (A1-7)$$

A partir des équations A1-6 et A1-7, sont déduits la raideur de contact (équation A1-8) et le coefficient d'amortissement (équation A1-9) :

$$S = \left[ \frac{1}{\frac{F_0}{z_0} \cos \Phi - (K_s - m\omega^2) - K_{inst}^{-1}} \right]^{-1} \quad (\text{A1-8})$$

$$\omega D = \frac{F_0}{z_0} \sin \Phi \quad (\text{A1-9})$$

En pratique, lors d'expérience d'indentation par la méthode CSM, la pulsation  $\omega$  est fixée (en général la fréquence  $f=45\text{Hz}$ ) et  $z_0$ ,  $F_0$  et  $\Phi$  sont mesurés. Dans ces conditions,  $S$  et  $\omega D$  sont calculés connaissant les paramètres du Nanoindenteur  $K_{inst}$ ,  $m$ ,  $K_s$  et  $D_i$  qui sont au préalable déterminés à vide et en mode dynamique. A partir de l'expression de  $S$ , sont déduites les valeurs de la dureté et du module de Young.





## Annexe 2 : Caractérisation mécanique des films d'aluminium et de nickel par nanoindentation

Des mesures de dureté et de module de Young sont effectuées par la méthode dynamique sur un film d'aluminium de 450nm et de nickel de  $1,5\mu m$  d'épaisseur. Le film d'aluminium a été choisi parmi les échantillons utilisés lors des essais de micro-insertion et le film de nickel a été déposé par électrodéposition comme le micro-insert de nickel sur différents matériaux (voir chapitre 4). Pour assurer la reproductibilité des mesures, le nombre d'indents est fixé à dix sur chaque échantillon, ce qui nous a paru suffisant par rapport à la qualité des surfaces testées.

Les figures A2-1 et A2-2 montrent respectivement les courbes de dureté des films d'aluminium et de nickel. Les courbes de module de Young des films d'aluminium et de nickel sont respectivement présentées sur les figures A2-3 et A2-4. Les courbes montrent des perturbations des mesures aux faibles profondeurs d'indentation, inférieures à 20nm pour les courbes obtenues sur le film d'aluminium et inférieures à 50nm pour les courbes du film de nickel. Ces perturbations sont causées par le fait que l'essai de nanoindentation est, par nature, extrêmement sensible aux hétérogénéités et impuretés présentes dans le matériau ainsi qu'à la rugosité de surface.

Les courbes de dureté du film d'aluminium (A2-1) font apparaître un plateau de 0,7GPa entre 20 et 80 nm de pénétration, puis augmentent continûment. Cette valeur représente la dureté de l'aluminium et l'augmentation de la dureté est due à la présence des couches sous le film d'aluminium et du substrat de silicium oxydé. Pour éviter l'influence des couches sous-jacentes au film de nickel, la dureté du nickel est mesurée au alentour de la centaine de nm de pénétration, ce qui correspond à une valeur de l'ordre de 4,6GPa.

Les courbes de module de Young de l'aluminium (A2-3) montrent également un plateau de l'ordre de 63GPa pour des pénétrations comprises entre 20nm et 80nm. Ce plateau est suivi d'une augmentation du module de Young due à la présence des matériaux sous-jacents à l'aluminium de modules de Young plus élevées. Concernant

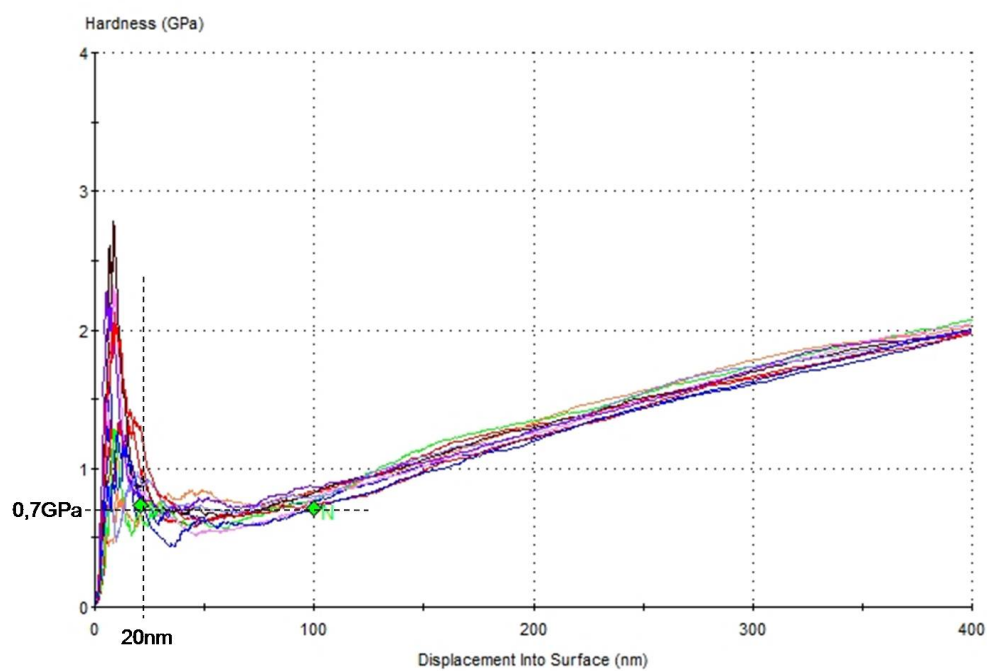


FIG. A2-1 – Exemple de courbes de dureté du film d'aluminium

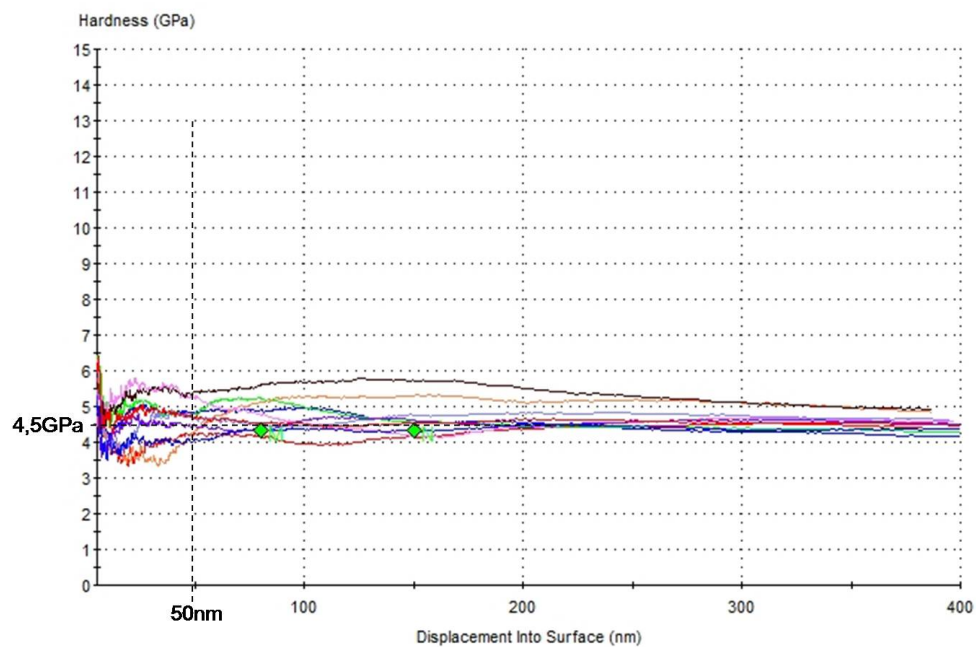


FIG. A2-2 – Exemple de courbes de dureté du film de nickel

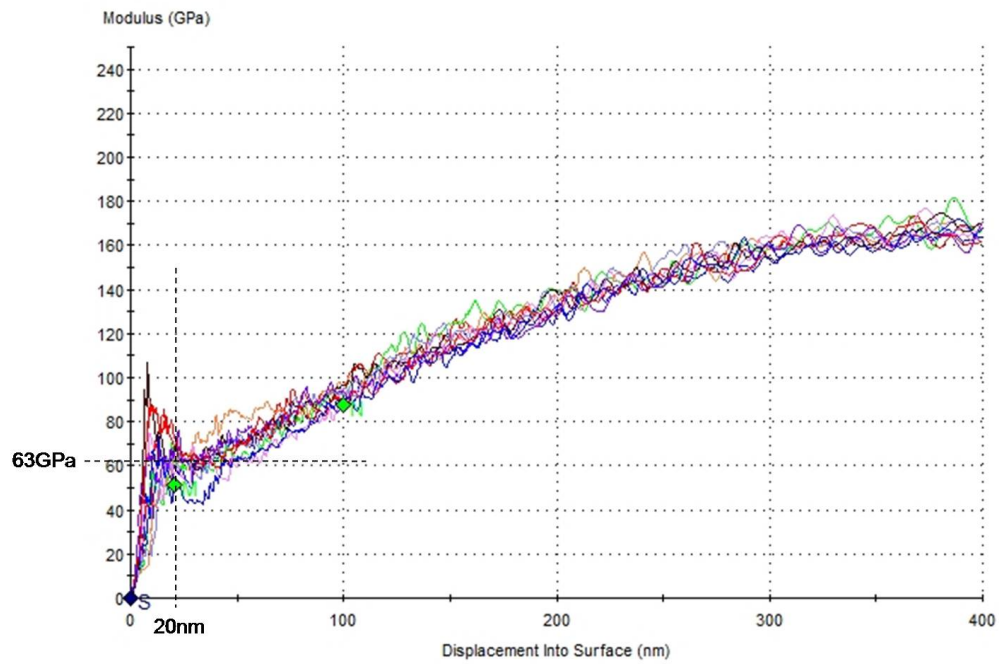


FIG. A2-3 – Exemple de courbes de module de Young du film d'aluminium

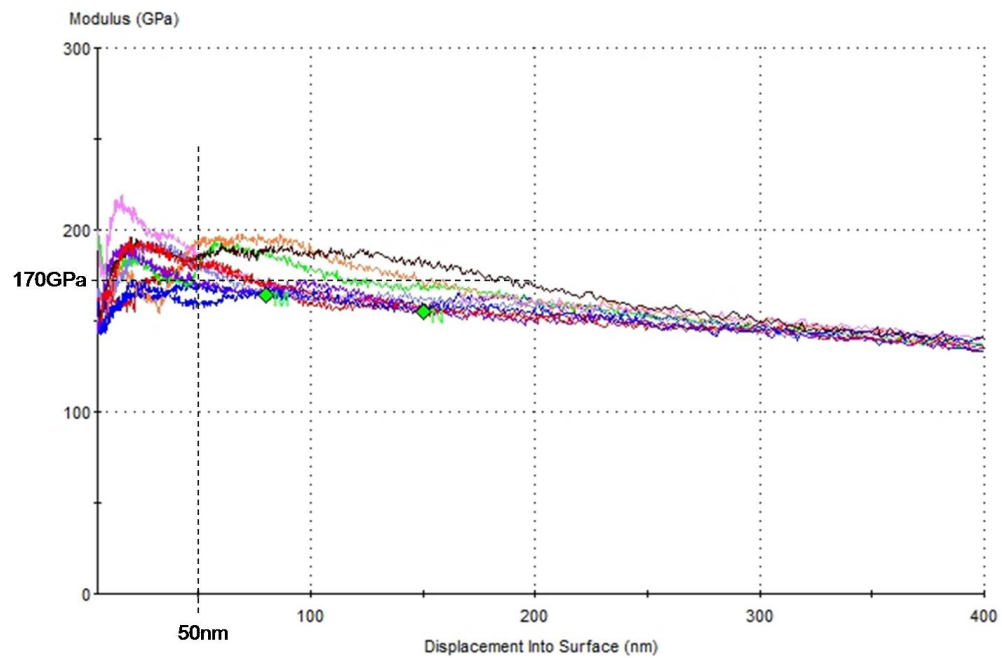


FIG. A2-4 – Exemple de courbes de module de Young du film d'aluminium

Films	Dureté(GPa)	Module de Young(GPa)
Aluminium	0,7	63
Nickel	4,5	170

TAB. 2 – Récapitulatif des mesures de dureté et de module de Young des films d'aluminium de 450nm d'épaisseur et de nickel de  $1,5\mu m$  d'épaisseur

la valeur du module de Young du nickel, elle est de l'ordre de 170GPa pour une pénétration située au alentour de 100nm (A2-4). Les valeurs de dureté et de module de Young sont présentées dans le tableau 2.

## Annexe 3 : Contact entre un plot cylindrique élastique et un demi-espace élastique

Les résultats présentés dans cette annexe sont une adaptation des calculs effectués par Jordan et al. [65] pour décrire le contact entre un poinçon élastique et un demi-plan élastique en déformations planes (figure A3-1). Les résultats de ce calcul permettent la description correcte de la divergence des contraintes due à la singularité angulaire présente en bord de plot en donnant une solution approchée du problème en accord avec les solutions asymptotiques connues au voisinage de la singularité [64].

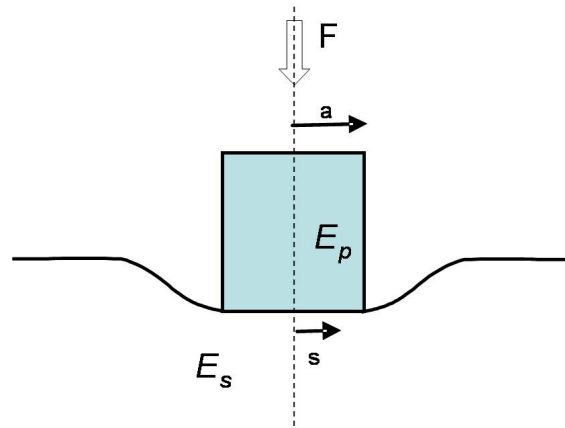


FIG. A3-1 – Description du problème

Dans la figure A3-1, les notations sont les suivantes :

- $F$  : force de pression appliquée sur le plot.
- $a$  : rayon du plot cylindrique.
- $E_p$  : module d'Young du plot cylindrique.
- $E_s$  : module d'Young du substrat.
- $s$  : coordonnée radiale à l'interface plot/substrat.

La pression moyenne à l'interface est notée  $P$  ( $P = F/\pi a^2$ ). Pour le problème du poinçon à symétrie cylindrique, nous conservons l'expression générale approchée

de Jordan pour la contrainte normale à l'interface plot/substrat :

$$\sigma(s) = \alpha \frac{P}{(1 - (s/a)^2)^\lambda} \quad (\text{A3-1})$$

Cette expression a l'avantage de correspondre à la solution exacte pour la répartition des contraintes normales à l'interface de contact dans le cas limite du plot infiniment rigide ( $\lambda=1/2$ ) [64] en symétrie cylindrique.

Le coefficient de divergence  $\lambda$  est défini par l'équation suivante en déformations planes (avec  $e = E_p/E_s$  et  $0 < \lambda < 0,5$ ) :

$$\tan[\pi(1-\lambda)] \sin[\pi(1-\lambda)] + e \{1 - \cos[\pi(1-\lambda)] - 2(1-\lambda)^2\} = 0 \quad (\text{A3-2})$$

Il a été démontré [64] que le coefficient de divergence est le même pour le cas du poinçon en géométrie plane et en géométrie axisymétrique. L'expression A3-2 peut donc être conservée pour le problème axisymétrique. La courbe donnant la relation

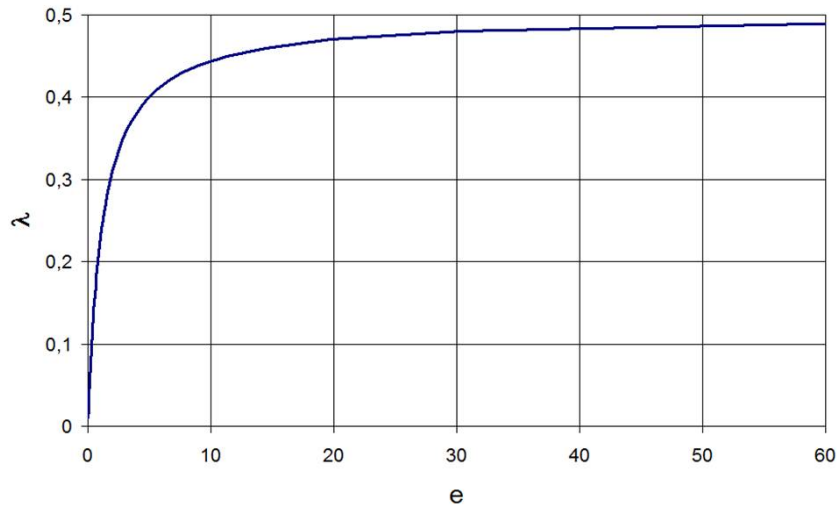


FIG. A3-2 – Exposant de divergence en fonction du rapport des modules d'Young du cylindre et du substrat

entre  $\lambda$  et  $e$  est représentée figure A3-2. Elle montre que  $\lambda$  s'écarte significativement (5%) de la valeur limite 1/2 du plot rigide pour des valeurs de  $e$  inférieures 11,3.

Par rapport à la solution approchée du problème en déformations planes, il ne reste donc plus qu'à recalculer le coefficient de normalisation  $\alpha$ . Il est donné en symétrie cylindrique par la relation :

$$2\pi \int_0^a \sigma(s) s ds = F \Rightarrow \alpha = 1 - \lambda \quad (\text{A3-3})$$

D'où pour une géométrie axisymétrique, l'expression suivante pour la valeur approchée de la contrainte normale à l'interface poinçon/substrat :

$$\sigma(r) = P \frac{(1 - \lambda)}{\left[1 - \left(\frac{r}{a}\right)^2\right]^\lambda} \quad (\text{A3-4})$$

Cette expression approchée de la contrainte normale a été validée par des simulations par éléments finis dans le cas du contact entre un plot cylindrique de nickel et un plan d'aluminium en prenant les valeurs suivantes pour le module d'Young du nickel et de l'aluminium.

- $E_{Ni} = 220 \text{ GPa}$
- $E_{Al} = 68 \text{ GPa}$

Ces valeurs correspondent à une valeur de 0,362 du coefficient  $\lambda$ . Le modèle éléments finis utilisé a au préalable été validé dans le cas du plot rigide ( $\lambda=1/2$ ) pour lequel l'expression A3-4 donne la solution exacte.

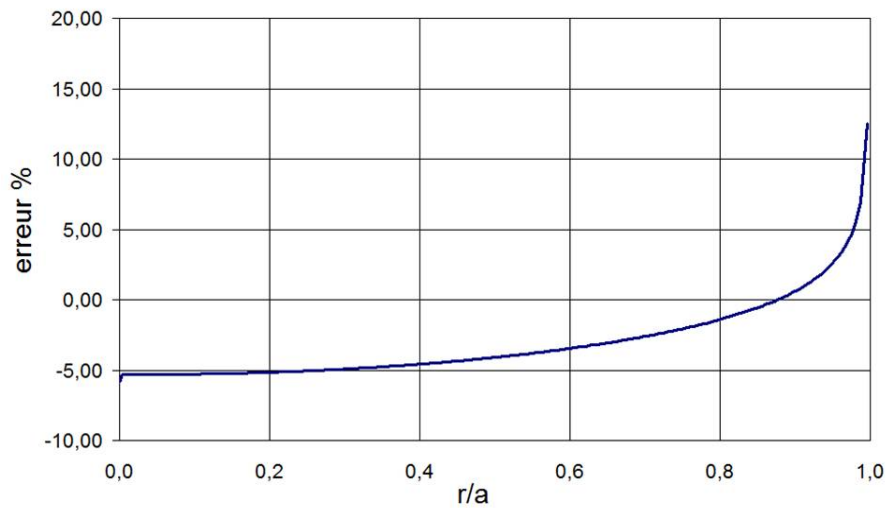


FIG. A3-3 – Ecart entre le modèle analytique approché et la simulation par éléments finis aux petites déformations pour  $\lambda=0,362$

La figure A3-3 montre l'écart entre le modèle analytique et le modèle éléments finis. L'écart maximal entre les deux modèles est bien entendu localisé en bord de plot où a lieu la divergence théorique de la contrainte normale.



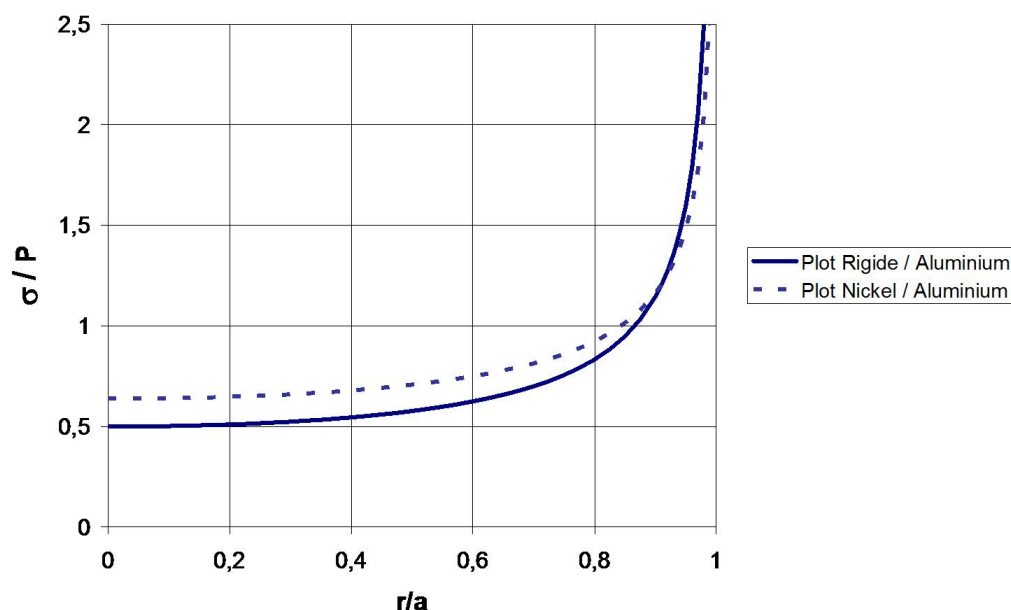


FIG. A3-4 – Répartition de la contrainte normale à l'interface de contact entre un plot cylindrique et un substrat d'aluminium : Comparaison des modèles analytiques du plot infiniment rigide ( $\lambda=1/2$ ) et du plot élastique de Nickel ( $\lambda=0,362$ )

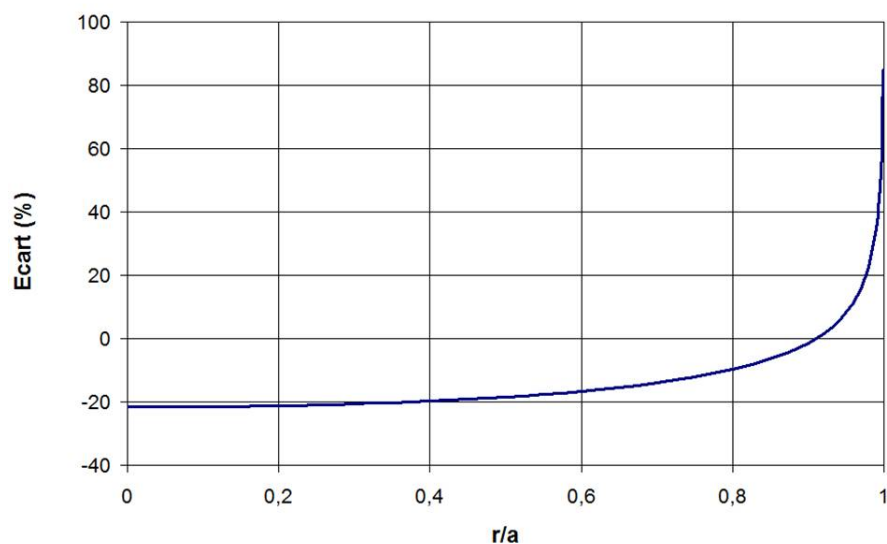


FIG. A3-5 – Ecart relatif de la pression normale à l'interface de contact sur l'aluminium dans le cas du plot rigide par rapport au plot élastique en nickel

La figure A3-4 compare la solution analytique approchée dans le cas du contact entre un plot rigide et un substrat d'aluminium et dans le cas du contact entre un plot élastique de nickel et un substrat d'aluminium.

Nous constatons (voir figure A3-5) que l'erreur faite dans l'estimation de la contrainte normale à l'interface de contact en assimilant le plot de nickel à un plot rigide est de près de 20% dans la zone centrale du plot ( $r = 0$  à  $0,6a$ ) et est bien supérieure à 20% vers le bord du plot.



# Bibliographie

- [1] C.A. Harper. Electronic packaging and interconnection handbook, fourth edition. *McGraw-Hill*, 2004.
- [2] Rao R. Tummala. *Fundamentals of Microsystems packaging*. McGraw-Hill, 2001.
- [3] C.Puget R.Franiatte N.Sillon F. Depoutot A.Mathewson, J. Brun and B.Dubois-Bonvalot. Microstructured interconnections for high security systems. *Proc IEEE Electronics System integration Technology Conference, Sweden*, 2006.
- [4] G. Ponthenier R.Franiatte A.Nowodzinski N.Sillon G.Poupon F. Depoutot A.Mathewson, J. Brun and B.Dubois-Bonvalot. Detailed characterisation of ni microinsert technology for flip chip die on wafer attachment. *Proc 57th IEEE Electronics System integration Technology Conference, Reno NV*, 2007.
- [5] R. Franiatte A. Nowodzinski N. Sillon B. Dubois-Bonvalot F. Depoutot O. Brunet H. Boutry, J. Brun and A. Peytavy. Reliability characterization of ni-based microinsert interconnections for flip chip die on wafer attachment and their evaluation in multichip simcard prototype. *10th Electronics Packaging Technology Conference, Singapore*, 2008.
- [6] A. C. Fischer-Cripps. *Nanoindentation*. Mechanical Engineering Series. Springer-Verlag, N-Y, 2nd ed. edition, 2004.
- [7] W.C. Oliver and G.M. Pharr. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.*, 7(6) :1564–1582, 1992.
- [8] W.C. Oliver G.M. Pharr and F.R. Brotzen. On the generality of the relationship among contact stiffness, contact area and elastic modulus during indentation. *J. Mater. Res.*, 7(3) :613–617, 1992.

- [9] M.kh. Shorshorov A.P. Ternovskii S.I. Bulychev, V.P. Alekhin and G.D. Shnyrev. Determining young modulus from the indenter penetration diagram. *Zavod. Lab.*, 41(9) :1137–1140, 1975.
- [10] R. B. King. Elastic analysis of some punch problems for a layered medium. *Int. J. Solids Struct.*, 23(12) :1657–1664, 1987.
- [11] D. Tabor. A simple theory of static and dynamic hardness. *Proc. R. Soc A*, 192 :247–274, 1948.
- [12] J. Boussinesq. *Applications des potentiels à l'étude de l'équilibre et du mouvement des solides élastiques*. Gauthiers-villars edition, 1885.
- [13] H. Hertz. "*J. reine und angewandte Mathematik*", 92(156), 1882.
- [14] J.N. Sneddon. *Fourier Transforms*, pages 431–449. Mcgraw-hill book company inc. edition, 1951.
- [15] S.M. Myers J.C. Barbour J.A. Knapp, D.M. Follstaedt and T.A. Friedmann. Finite-element modeling of nanoindentation. *J. App. Phys.*, 85(3) :1460–1474, 1998.
- [16] M. F. Doerner and W.D. Nix. A method for interpreting the data from depth-sensing indentation instruments. *J. Mater. Res.*, 1(4) :601–609, 1986.
- [17] I.N. Sneddon. The relation between load and penetration in the axisymmetric boussinesq problem for a punch of arbitrary profile. *Int. J. Ing. Sci.*, 3 :47–57, 1965.
- [18] W.C. Oliver and G.M. Pharr. Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation : Advances in understanding and refinements to methodology. *J. Mater. Res.*, 19(1) :3–20, 2004.
- [19] X. Zhou, Z. Jiang, H. Wang, and R. Yu. Investigation on methods for dealing with pile-up errors in evaluating the mechanical properties of thin metal films at sub-micron scale on hard substrates by nanoindentation technique. *Mat. Science Eng. A*, 488 :318–332, 2008.
- [20] JJ VLASSAK and W.D. NIX. Mechanical properties tests using a scanning probe microscopy. *J. Mech. Phys. Solids*, 42 :1223, 1994.
- [21] A. BOLSHAKOV J.C. HAY and G.M. PHARR. Critical examination of the fundamental relations used in the analysis of nanoindentation data. *J. Mater. Res.*, 14(6) :2296–2305, 1999.
- [22] T. Chudoba and F. Richter. Investigation of creep behaviour under load during indentation experiments and its influence on hardness and modulus results. *Surface and coating technology*, 148 :191–198, 2001.

- [23] J.-H. Jeong D. Son and D. Kwon. Film-thickness considerations in microcantilever-beam test in measuring mechanical properties of metal thin film. *Thin solid Films*, 437 :182–187, 2003.
- [24] C.H. Pan H.K. Liu and P.P. Liu. Dimension effect on mechanical behavior of silicon micro-cantilever beams. *Measurement*, 41 :885–895, 2008.
- [25] Y.-M. Kim J.-H. Hahn C.-S. Lee S.H. Hong, K.S. Kim and J.-H. Park. Characterization of elastic moduli of cu thin films using nanoindentation technique. *Composites Science and Technology*, 65 :1401–1408, 2005.
- [26] X. Cai and H. Bangert. Hardness measurements of thin films-determining the critical ratio of depth to thickness using fem. *Thin solid films*, 264 :59–71, 1995.
- [27] C.W. Ong H. Wang. Determination of film-only hardness by eliminating the effects of elastic deformation of substrate. *Surface and coating technology*, 200 :4433–4439, 2006.
- [28] Y. Xiang J.J. Vlassak-D. Lee N. Agasawara N. Chiba M. Zhao, X. Chen and Y.X. Gan. Measuring elastoplastic properties of thin films on an elastic substrate using sharp indentation. *Acta Materialia*, 55 :6260–6274, 2007.
- [29] B. Jönsson and S. Hogmark. Hardness measurements of thin films. *Thin Solid Films*, 114 :257–269, 1984.
- [30] P.J. Burnett and D.S. Rickerby. The mechanical properties of wear-resistance coatings i : Modelling of hardness behaviour. *Thin solid Films*, 148 :41–50, 1987.
- [31] K.C. Tang and R.D. Arnell. Determination of coating mechanical properties using spherical indenters. *Thin Solid Films*, 355-356 :263–269, 1999.
- [32] Y. Bénariou D. Chicot and J. Lesage. Hardness measurements of ti and tic multilayers : a model. *Thin solid Films*, 359(228-235), 2000.
- [33] in : J.H. Westbrook H. Buckle and H. Conrad (Eds). Sciences of hardness testing and its research applications. *American Society for Metals, Metals Park, OH*, pages 453–491, 1973.
- [34] C-H Chiu H. Gao and J. Lee. Elastic contact versus indentation modeling of multi-layered materials. *Int. J. Solids Struct.*, 29(20) :2471–2492, 1992.
- [35] MTS Systems Corporation. *TestWorks 4 Software for Nanoindentation Systems*, 2002.
- [36] Xiaodong Li and Bharat Bhushan. A review of nanoindentation continuous stiffness measurement technique and its applications. *Materials Characterization*, 48 :11–36, 2002.

- [37] R. Saha and W.D. Nix. Effects of the substrate on the determination of thin film mechanical properties by nanoindentation. *Acta Materialia*, pages 23–38, 2002.
- [38] J.C. Bravman T.P. Weihs, S. Hong and W.D. Nix. Mechanical deflection of cantilever microbeams : A new technique for testing the mechanical properties of thin films. *J. Mater. Res.*, 3(5) :931–942, 1988.
- [39] M. Madou. *Fundamentals of Microfabrication*. Crc Press, 1997.
- [40] M. Becker J. McCarthy, Z. Pei and D. Atteridge. Fib micromachined submicron thickness cantilevers for the study of thin film properties. *Thin solid Films*, 358 :146–151, 2000.
- [41] K. Takashima C.W. Baek X. Li, B. Bhushan and Y.K. Kim. Mechanical characterization of micro/nanoscale structures for mems/nems applications using nanoindentation techniques. *Ultramicroscopy*, 97 :481–494, 2003.
- [42] C.-F. Qian M.-H. Zhao T.-Y. Zhang, Y.-J. Su and L.-Q. Chen. Microbridge testing of silicon nitride thin films deposited on silicon wafers. *Acta Materialia*, 48 :2843–2857, 2000.
- [43] M.-H. Zhao Y.-J. Su, C.-F. Qian and T.-Y. Zhang. Microbridge testing of silicon oxide/silicon nitride bilayer films deposited on silicon wafers. *Acta Materialia*, 48 :4901–4915, 2000.
- [44] M.-H. Zhao Xusheng Wang, Jie Wang and T.-Y. Zhang. Microbridge testing on symmetrical trilayer films. *Journal of MicroElectromechanical Systems*, 14(3) :634–645, 2005.
- [45] C.S. Yang J.A. Chen G.F. Ding-W. Ding M.J. Wang Z.M. Zhou, Y. Zhou and Y.M. Zhang. The evaluation of young’s modulus and residual stress of nickel films by microbridge testing. *Measurement Science and Technology*, 15 :2389–2394, 2004.
- [46] J.N. Florando M.D. Uchic, D.M. Dimiduk and W.D. Nix. Sample dimensions influence strenght and crystal plasticity. *Science*, 305 :986–989, 2004.
- [47] M.D. Uchic and D.M. Dimiduk. A methodology to investigate size scale effects in crystalline plasticity using uniaxial compression testing. *Materials science et engineering A*, 400-401 :268–278, 2005.
- [48] S. Orso A.S. Schneider C.P. Frick, B.G. Clark and E. Arzt. Size effect on strength and strain hardening of small-scale [111] nickel compression pillars. *Materials science et engineering A*, 489(1-2) :319–329, 2008.

- [49] W.C. Oliver Julia R. Greer and W.D. Nix. Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients. *Acta Materialia*, 53 :1821–1830, 2005.
- [50] J.R. Greer and W.D. Nix. Nanoscale gold pillars strengthened through dislocation starvation. *Phys. Rev.B*, 73 :245410, 2006.
- [51] R. Wheeler P.A. Shade M.D. Uchic, D.M. Dimiduk and H.L. Fraser. Application of micro-sample testing to study fundamental aspects of plastic flow. *Scripta materialia*, 54 :759–764, 2006.
- [52] A.H.W. Ngan K.S. Ng. Stochastic nature of plasticity of aluminum micro-pillars. *Acta Materialia*, 56 :1712–1720, 2008.
- [53] M.D. Uchic D.M. Dimiduk and T.A. Parthasarathy. Size-affected single-slip behavior of pure nickel microcrystals. *Acta Materialia*, 53 :4065–4077, 2005.
- [54] J.J. Gilman. *Appl Micromech Flow solids*. 1953.
- [55] Q. Wei H. Zhang, B.E. Schuster and K.T. Ramesh. The design of accurate micro-compression experiments. *Scripta materialia*, 54 :181–186, 2006.
- [56] L.E. Govaert J.M.J. den Toonder C.G.N. Pelletier, E.C.A. Dekkers and H.E.H. Meijer. The influence of indenter-surface misalignment on the results of instrumented indentation tests. *Polymer Testing*, 26 :949–959, 2007.
- [57] S. Orso C.P. Frick and E. Arzt. Loss of pseudoelasticity in nickel-titanium sub-micron compression pillars. *Acta Materialia*, 55 :3845–3855, 2007.
- [58] M.T. Dugger D.J. Dickrell III. The effects of surface contamination on resistance degradation of hot-switched low-force mems electrical contacts. Electrical contacts, 51st IEEE Holm Conference, Sept 2005.
- [59] O.K. Kwon S. Hong, T.P. Weihs and J.C. Bravman. Cantilever beam micro-contacts in a multi-chip interconnection system. 7th IEEE IEMT Symposium, 1989.
- [60] J. Dhennin J.M.l Desmarres A. Pothier-X. Lafontan C. Segueineau, A. Broue and M. Ignat. Memes characterization a new experimental approach for measuring electrical contact resistance by using nanoindentation. Guimarães, Portugal, 16-18 Sept 2007. Proc. of MME 2007, 18th Workshop on MicroMechanics Europe.
- [61] H-Y. Huang S-T. Lee B.H. Jang, P-H. Tseng and W. Fang. Characterization of the micro contact resistance using a novel on-chip apparatus. 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, Lyon, France, June 2007.



- [62] J.W. McBride E.M. Yunus and S.M. Spearing. The relationship between contact resistance and contact force on au coated carbon nanotube surfaces. pages 167–174. Electrical contacts, 54rd IEEE Holm Conference, 2007.
- [63] L. Féchant. *Le contact électrique : Phénomènes physiques et matériaux*. Hermès, Paris, 1996.
- [64] K.L. Johnson. *Contact Mechanics*. Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
- [65] E. H. Jordan and M. R. Urban. An approximate analytical expression for elastic stresses in flat punch problems. *Wear*, 236 :134–143, 1999.
- [66] R.Holm. *Electrical contacts, Theory and applications*. Springer-Verlag, Berlin, 1967.
- [67] Y.V. Sharvin. A possible method for studying fermi surfaces. *Sov. Phys. JETP*, 21 :655–656, 1965.
- [68] G. Wexler. The size effect and the non-local boltzmann transport equation in orifice and disk geometry. *Proc. Phys. Soc.*, 89 :927–941, 1966.
- [69] J.A. Greenwood. Constriction resistance and the real area of contact. *Brit. J. Appl. Phys.*, 17, 1966.
- [70] J.A. greenwood and J.B.P. Williamson. Contact of nominally flat surfaces. *Proc. Royal Society A*, 295 :300–319, 1966.
- [71] F.Kohlrausch. Über den stationären temperaturzustand eines elektrisch geheizten leiters. *Ann. Phys.*, 1 :132–158, 1900.
- [72] L. Féchant et P. Tixador. *Matériaux conducteurs et de contact électrique*. Lavoisier, Paris, 2003.
- [73] P.G. Slade. *Electrical contactc : Priciples and applications*. CRC, New-York, 1st edition edition, 1999.
- [74] A.C. Fischer-Cripps. Critical review of analysis and interpretation of nanoin-dentation test data. *Surface and coatings technology*, 200 :4153–4165, 2006.
- [75] Keithley. *Low level measurements handbook : Precision DC current, voltage and resistance measurements*. 6th edition, Keithley instruments, Inc.,Cleveland, 2004.
- [76] F.H. Fabreguette M.D. Groner, J.W. Elam and S.M. George. Electrical charac-terization of thin al2o3 films grown by atomic layer deposition on silicon and various metal substrates. *Thin solid Films*, 413 :186–197, 2002.

- [77] B. Riccardi and R. Montanari. Indentation of metals by a flat-ended cylindrical punch. *Materials science and engineering A*, 381 :281–291, 2004.
- [78] A. Cornet and J.P. Deville. *Physique et ingénierie des surfaces*. Edp sciences edition, 1998.
- [79] H. Pelletier. Predictive model to estimate the stress-strain curves of bulk metals using nanoindentation. *Tribology International*, 39(7) :593–606, 2006.
- [80] G. Murry. Le fluage des métaux. *Collection IRSID/OTUA*, 1980.
- [81] A.C. Fischer-Cripps. A simple phenomenological approach to nanoindentation creep. *Materials science and engineering A*, 385 :74–82, 2004.
- [82] M. Maehara K. Ishikawa and Y. Kobayashi. Mechanical modeling and microstructural observation of pure aluminum crept under constant stress. *Materials Science and Engineering A*, pages 153–158, 2002.
- [83] G. Norberg, S. Dejanovic, and H. Hesselbom. Contact resistance of thin metal film contacts. *IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies*, 29(2) :371–378, 2006.

Ecole Nationale Supérieure des Mines  
de Saint Etienne

N° d'ordre : 517M

Given names and surname : Mamadou Diobet DIOP

Dissertation title : **Contribution to the mechanical and electrical analysis of the in-situ local contact : Adaptation of the nanoindentation to the micro-insertion.**

Speciality : Microelectronic

Keywords : micro-insertion process, nickel micro-insert, aluminium thin film, nanoindentation, mechanical deformation, electrical contact resistance.

Abstract :

Flip chip interconnection technology is a good candidate for high packaging demand. This technology requires complex Under Bump Metallization or wet chemical processes to take into account native oxide on aluminium pad. An alternative to overcome these additional processes is to use a new flip chip process called micro-insertion developed by CEA-LETI Minattec. In this process, spherical bumps are replaced by electroplated nickel cylindrical bumps or micro-inserts inserted by plastic deformation into the facing aluminium bond pad. In addition, micro-insertion process allows finer pitch possibilities than the conventional flip chip. However, the contact formation mechanisms, the performance and the reliability of this process must be clarified. For this purpose, a study of the insertion of elementary nickel micro-insert into aluminium thin film is performed.

Mechanical and electrical effects are considered in the insertion study of nickel micro-insert into aluminium thin film. Modified nanoindenter is used to perform this study, this technique traditionally permits materials hardness and Young's modulus characterization.

Three nominal nickel micro-insert diameters of  $6\mu m$ ,  $8.5\mu m$  and  $12.5\mu m$  having the same height of  $5\mu m$  are used for mechanical study. Mechanical deformation of nickel micro-insert and aluminium film is described at different maximum loads and the extraction of aluminium creep phenomenological parameters is presented. In addition, an electrical contact resistance measurement during mechanical insertion is carried out showing native oxide role in electrical contact establishment.

Ecole Nationale Supérieure des Mines  
de Saint Etienne

N° d'ordre : 517M

Prénoms et nom : Mamadou Diobet DIOP

Titre de la thèse : **Contribution à l'étude mécanique et électrique du contact localisé : Adaptation de la nanoindentation à la micro-insertion.**

Spécialité : Microélectronique

Mots clefs : procédé de micro-insertion, micro-insert de nickel, film mince d'aluminium, nanoindentation, déformation mécanique, résistance de contact électrique.

Résumé :

Pour l'empilement de puces et l'intégration 3D, le procédé de flip chip utilisant des microbilles d'alliage fusible est standard. L'un des principaux inconvénients de ce procédé est qu'il nécessite un traitement complémentaire des puces avant d'effectuer leur assemblage afin de rendre les zones de connexion compatibles avec l'alliage fusible. Pour résoudre ce problème, le CEA-LETI Minattec a développé un nouveau procédé d'interconnexion basé sur la micro-insertion de micro-cylindres de nickel électrodéposés appelés micro-inserts directement dans les zones de connexion des puces en aluminium. La géométrie fine des micro-inserts permet non seulement d'établir un bon contact électrique à travers la couche d'oxyde natif des zones de connexion d'aluminium mais aussi d'augmenter la densité d'intégration des composants. Cependant, il existe encore trop d'interrogations sur la fiabilité des interconnexions réalisées et sur les mécanismes de la micro-insertion. Afin de répondre à certaines de ces interrogations ce travail de thèse présente une étude localisée de l'insertion d'un micro-insert de nickel isolé dans un film mince d'aluminium.

L'étude de l'insertion d'un micro-insert de nickel dans un film d'aluminium porte sur deux aspects, l'un mécanique et l'autre électrique. Cela a été possible grâce à la modification de la technique de nanoindentation, traditionnellement utilisée pour déterminer la dureté et le module de Young des matériaux.

Pour analyser la déformation mécanique des micro-inserts et du film d'aluminium, trois types de diamètres de  $6\mu m$ ,  $8,5\mu m$  et  $12,5\mu m$  ayant la même hauteur de  $5\mu m$  ont été utilisés. Les différents modes de déformation mis en jeu lors de la phase d'insertion ont pu être mis en évidence à différentes forces maximales et les paramètres phénoménologiques de fluage de l'aluminium ont été extraits. Cette étude a également permis la mesure de la résistance de contact électrique lors de l'insertion montrant le rôle joué par la couche d'oxyde natif d'aluminium lors de l'établissement du contact électrique.